N° d'ordre: 42435

Thèse

Caractérisation de la variabilité des propriétés mécaniques aux échelles fils, renforts et composites à base de lin

Présentée par :

Fatma OMRANI

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Lille 1

Discipline : Mécanique

Soutenue le 20/10/2017 devant la commission d'examen

Jury :

Mme Laurence SCHACHER	Professeur des Universités, Université de Haute-Alsace	Présidente du jury
M. Christophe BALEY	Professeur des Universités, Université de Bretagne-Sud	Rapporteur
M. Moussa GOMINA	Chargé de Recherche CNRS, HDR, l'ENSI Caen	Rapporteur
M. Pierre OUAGNE	Professeur des Universités, ENI de Tarbes	Examinateur
M. Damien SOULAT	Professeur des Universités, ENSAIT, Roubaix	Directeur
Mme Manuela FERREIRA	Maître de conférences, ENSAIT, Roubaix	Co-encadrante
M. Peng WANG	Maître de conférences, ENSAIT, Roubaix	Co-encadrant

© 2017 Tous droits réservés.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je voudrais remercier les membres de jury de s'être déplacés pour la soutenance de cette thèse : Christophe Baley et Moussa Gomina pour l'effort qu'ils ont fourni pour la lecture de ces travaux et pour en être les rapporteurs. Je remercie également Laurence Schacher et Pierre Ouagne d'avoir accepté d'être les examinateurs.

La thèse est loin d'être un travail solitaire et je n'aurais jamais pu réaliser cette tâche sans le soutien d'un grand nombre de personnes qui m'ont aidée à progresser professionnellement et humainement. Je tiens à remercier tout particulièrement Damien Soulat qui m'a dirigée tout au long de la thèse. Il a toujours été disponible, à l'écoute et intéressé par mes idées et mes questions. Ses conseils et surtout ses nombreuses relectures et corrections sont pour beaucoup dans le résultat final. J'aimerais lui dire à quel point j'ai apprécié la qualité de son encadrement, sa patience, sa compréhension et la confiance qu'il m'a accordée.

Toute ma gratitude à Manuela Ferreira pour m'avoir encadrée et avoir répondu à plusieurs de mes préoccupations. Ta générosité, ta bonne humeur et tes encouragements m'ont été très précieux. Nos nombreuses discussions m'ont beaucoup apporté. Je suis infiniment reconnaissante à Peng pour son encadrement et son enthousiasme pour mon sujet de thèse. Il m'a consacré beaucoup de temps ; aussi sa capacité d'analyse et sa compétence ont rendu les travaux de recherche plus passionnants et enrichissants.

Je tiens également à témoigner ma reconnaissance pour Xavier Legrand pour l'aide qu'il m'a accordée pour réaliser mes expériences expérimentales.

Ces remerciements seraient incomplets si je n'en adressais pas à tous le personnel de l'ENSAIT et du GEMTEX entre autres Samira, Dorothée, Julie…et aux techniciens, tout particulièrement Nico, Ali et Fred qui répondent toujours présents.

Je souhaiterais exprimer tout ma profonde reconnaissance envers les partenaires du projet SINFONI pour leur financement ainsi que pour leur implication ce qui a facilité ces études.

Tous mes remerciements aux doctorants et ingénieurs de la MDS, ceux qui sont partis et ceux qui sont encore là, pour l'ambiance de travail très agréable : Imen, Manel, Romain, May, Ahmad, Paul, Juliette, Anaëlle, Chloé, Jean-Vincent, Tarun, Boris, Constance….et Nizar pour m'avoir encouragée à choisir cette thèse. Un grand merci à Imen avec qui j'ai eu le plaisir de travailler durant son stage et avec qui j'espère pouvoir continuer à travailler. Et à tous les stagiaires qui m'ont aidée à réaliser ces travaux, j'exprime toute ma gratitude.

Mention très spéciale pour toi Lingshan. Ma collègue et binôme de bureau devenue amie, on s'est mutuellement supporté et encouragé. Ta positivité et ta gentillesse m'ont toujours motivée. Pour tous les moments passés ensemble à l'école ou ailleurs, pour toutes les discussions qu'on a eues et qu'on aura au futur. Pour tout cela un grand merci.

Enfin, je remercie celles et ceux qui me sont chers et que j'ai délaissés ces derniers mois. Leurs attentions et encouragements m'ont accompagnée pendant toute cette période qui n'a pas toujours été des plus agréables. Toute ma gratitude à mes amis Nadia (*al.*), Ramla, Dhekra, Donya, Ranya, Hatem, Safa et Maher (et leur petit bébé).

Je suis aussi redevable à mes parents et ma sœur Safa pour leur soutien moral, leur patience et leur confiance. Une pensée particulière à maman, malgré mon éloignement depuis de nombreuses années, ta sagesse, ta force et ta volonté me portent et me guident tous les jours. Et à mon père qui m'a toujours encouragée et soutenue. Merci d'être toujours avec moi.

A tous ceux que je n'ai pas nommés mais qui se reconnaîtront.

© 2017 Tous droits réservés.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

TABLE DES MATIERES

GLOSSAIRE ..... **xi**

Introduction Générale **1**

Références **4**

1 Etat de l'art : généralités sur les fibres de lin à usage technique **5**

1.1 Contexte : Potentiel du lin pour des applications techniques : Echelle fibre **5**

1.1.1 Mise en situation : Présentation des composites biosourcés 5

1.1.2 Les caractéristiques de la fibre de lin 10

1.1.3 Préparation des fibres de lin 15

1.1.4 Verrous liés à l'utilisation des fibres naturelles 17

1.2 Conclusions **19**

Références **19**

2 Caractérisation à l'échelle fil / mèche **23**

2.1 Fil / Mèche **23**

2.1.1 Le fil en fibres naturelles et pour des applications techniques 23

2.1.2 Gamme de fils utilisée 25

2.2 Résultats expérimentaux **26**

2.2.1 Titrage : masse linéique 26

2.2.2 Torsion 27

2.2.3 Régularité 29

2.2.4 Propriétés mécaniques : analyse de la variabilité au sein du même échantillon 33

2.3 Analyse intra-échelle : comparaison des propriétés mécaniques entre les différents fils/ mèches **35**

2.4 Influence du tissage : caractérisation mécanique du fil après tissage **37**

2.4.1 Tissage en sergé 2/2 d'un quasi-UD avec différents types de fil 38

2.4.2 Tissage toile avec différents traitements 42

2.5 Perspectives **51**

2.6 Conclusions **53**

Références **54**

3 Caractérisation à l'échelle tissu **57**

3.1 Etat de l'art : Les renforts **57**

3.1.1 Les architectures de renforts 57

3.1.2 Eléments de l'état de l'art sur les renforts en fibres naturelles 60

3.1.3 Le Tissage 61

3.1.4 Les Traitements 66

3.2 La gamme de renforts utilisées **68**

3.2.1 Tissu 69

3.2.2 Quasi-UD 69

3.3 Résultats expérimentaux **70**

3.3.1 Variation de la masse surfacique et de l'épaisseur 71

© 2017 Tous droits réservés.

3.3.2 Variation de la perméabilité à l'air 72
3.3.3 Propriétés mécaniques en traction uni axiale : analyse de la variabilité au sein du même échantillon 73

3.4 Analyse intra-échelle: comparaison des propriétés mécaniques entre les différents tissus et UD 79

3.5 Perspectives : Caractérisations complémentaires à l'échelle des renforts 90
3.5.1 Caractérisation en cisaillement 90
3.5.2 Caractérisation en emboutissage 90

3.6 Conclusions 93

Références 94

4 Caractérisation à l'échelle composite 101

4.1 Etat de l'art : Matériaux composites 101
4.1.1 La matrice / Les renforts 101
4.1.2 Techniques d'élaboration 104
4.1.3 Les propriétés des composites en fibres de lin 107

4.2 Elaboration du composite : protocole utilisé 109
4.2.1 Infusion sous vide 109

4.3 Résultats expérimentaux 110
4.3.1 Calcul du taux volumique de fibres 110
4.3.2 Propriétés mécaniques en traction uni-axiale 113
4.3.3 Observations microscopiques : MEB 116

4.4 Analyse intra-échelle: comparaison des propriétés mécaniques entre les composites 122

4.5 Perspectives : Procédé de thermocompression avec un comélé LIN/PP 133

4.6 Conclusions 135

Références 136

5 Suivi qualité matière : Une approche multi-échelle 141

5.1 Introduction 141

5.2 Suivi matière: Variabilité inter-échelle du lin 144
5.2.1 Renforts quasi-UD : influence du type de fil 144
5.2.2 Tissu toile : influence du traitement sur tissu 149
5.2.3 Influence du type de renfort à l'échelle composite 159
5.2.4 Analyse multi-échelle du fil Y2 163

5.3 Conclusions 167

Références 170

6 Caractérisation mécanique des renforts non tissés 171

6.1 Etat de l'art : Les renforts Non Tissés 171
6.1.1 Technologie des non tissés 172
6.1.2 Caractéristiques des non tissés 179
6.1.3 Les renforts en fibres naturelles 180

6.2 La gamme de renfort utilisée 181

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

6.3 Caractérisation expérimentale 183
6.3.1 Propriétés textiles classiques 183
6.3.2 Propriétés mécaniques locales en traction uni-axiale: segmentation par zone . 184
6.4 Résultats expérimentaux 187
6.4.1 Variation de la masse surfacique et épaisseur 187
6.4.2 Variation de la perméabilité à l'air 187
6.4.3 Propriétés mécaniques en traction uni axiale 189
6.4.4 Propriétés mécaniques en flexion : Flexomètre de Peirce 196
6.5 Analyse intra-échelle : comparaison des propriétés mécaniques 197
6.6 Déformabilité du Non tissé 202
6.6.1 Préformage et paramètres 202
6.6.2 Banc d'emboutissage 204
6.6.3 Etude expérimentale 206
6.7 Perspectives 220
6.8 Conclusions 221
Références 222
7 Conclusions & Perspectives 229
Résumé 233
Abstract 234

© 2017 Tous droits réservés.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1. Propriétés des fibres végétales et synthétiques [6,7,36] 14
Tableau 2-1. Caractéristiques des fils 27
Tableau 2-2. Irrégularité des fils 31
Tableau 2-3. Propriétés en traction des fils 36
Tableau 2-4. Caractéristiques des renforts quasi-UD 38
Tableau 2-5. Pentes (E1 et E2) avant et après tissage 42
Tableau 2-6. Caractéristiques des tissus traités 45
Tableau 2-7. Pentes des fils (E1 et E2) avant et après tissage : tissus traités 51
Tableau 3-1. Caractéristiques des tissus traités 69
Tableau 3-2. Caractéristiques des renforts quasi-UD 70
Tableau 3-3. Tests de caractérisation renfort 71
Tableau 3-4. Caractéristiques des renforts testés 72
Tableau 3-5. Pentes en effort spécifique des tissus traités et taux de variation de la pente entre les deux directions (chaîne et trame) 89
Tableau 3-6. Pentes en effort spécifique des tissus et le taux de variation 90
Tableau 4-1. Caractéristiques des résines thermodurcissables durcies [3,4] 103
Tableau 4-2. Caractéristiques des résines thermoplastiques durcies [3,4] 103
Tableau 4-3. Tests de caractérisation composite 110
Tableau 4-4. Caractéristiques des composites testés 112
Tableau 4-5. Modules des composites des tissus traités et taux de variation de la pente entre les deux directions (chaîne et trame) 132
Tableau 5-1. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le fil Y1 146
Tableau 5-2. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le fil Y2 147
Tableau 5-3. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le fil Y3 147
Tableau 5-4. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du quasi-UD UD1-Y1 148
Tableau 5-5. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du quasi-UD UD2-Y2 149
Tableau 5-6. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du quasi-UD UD3-Y3 149
Tableau 5-7. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu écru TI4-Ecru 152
Tableau 5-8. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu traité TI1-DS 153
Tableau 5-9. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu traité TI2-DSI 154
Tableau 5-10. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu traité TI3-DSC 155
Tableau 5-11. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI4-Ecru en chaine 156
Tableau 5-12. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI4-Ecru en trame 156
Tableau 5-13. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI1-DS en chaine 157
Tableau 5-14. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI1-DS en trame 157
Tableau 5-15. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI2-DSI en chaine 157
Tableau 5-16. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI2-DSI en trame 158
Tableau 5-17. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI3-DSC en chaine 158
Tableau 5-18. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI3-DSC en trame 159
Tableau 5-19. Comparaison entre les composites avec les tissus traités dans les directions chaine et trame (exemple pour la déformation et la pente E1) 162
Tableau 5-20. Comparaison entre les composites à base de tissus traités dans les directions chaine et trame (exemple pour les pentes E1 et E2) 162
Tableau 5-21. Tableau de la répartition des échantillons selon l'échelle réelle 163
Tableau 5-22. Répartition des échantillons pour l'étude statistique 165
Tableau 5-23. Analyse de variance: deux facteurs sans répétition d'expérience 165
Tableau 5-24. Analyse de la variance des lignes avec un seul facteur 165
Tableau 5-25. Analyse de variance: deux facteurs sans répétition d'expérience (exemple de la comparaison entre les lignes 2-3) 166
Tableau 5-26. Analyse de la variance des lignes avec un seul facteur 166
Tableau 5-27. Répartition des échantillons pour l'étude statistique 166

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-28. Analyse de variance: deux facteurs sans répétition d'expérience..... 167
Tableau 6-1. Caractéristiques des fibres de lin 183
Tableau 6-2. Gammes des non tissés 183
Tableau 6-3. Tests de caractérisation renfort 184
Tableau 6-4. Caractéristiques des renforts testés 188
Tableau 6-5. Paramètres des tests d'emboutissage 206
Tableau 6-6. Tailles des surfaces initiales de chaque zone tracée..... 207
Tableau 6-7. Force d'emboutissage F_{max} des renforts non tissés 212
Tableau 6-8. Taux d'augmentation de la densité surfacique sur les zones 1 et 2..... 218

© 2017 Tous droits réservés.

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Répartition de l'utilisation du lin [14] 7
Figure 1-2: Impact environnemental des fibres de lin *vs* les fibres de verre [18] 8
Figure 1-3: Exemples d'applications composites à base de fibres végétales 10
Figure 1-4: Schéma représentant l'évolution de la fibre de lin [36] 11
Figure 1-5: *A gauche.* Composition de la fibre végétale [2]; *A droite.* Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [36] 12
Figure 1-6: Morphologie du lin 13
Figure 1-7: Localisation des fibres pour une étoupe orientée (exemple de fibres Hermès 2002 de longueur 800 mm) [38] 13
Figure 1-8: Evolution du module de Young de fibres élémentaires de lin selon leur diamètre et leur localisation sur la tige [38] 13
Figure 1-9: Exemple d'une courbe de contrainte en fonction de la déformation lors d'un essai de traction d'une fibre de lin [38] 14
Figure 1-10: Culture du lin [16] 16
Figure 1-11: Image prise des fibres de lin à différents stades du rouissage. Des fibres *à gauche* sans rouissage aux fibres à la fin du rouissage *à droite* [47] 17
Figure 2-1: Principe d'une carde [9] 24
Figure 2-2: Etape de la filature du lin : *A gauche.* Peignage (à gauche). *A droite.* Filature sur Continu A Filer [9] 25
Figure 2-3: Présentation de fil torsadé et non torsadé (ou tordu et non-retordu) 25
Figure 2-4: Modèle de la corrélation linéaire de la résistance en traction en fonction de l'angle de torsion [21] 28
Figure 2-5: Courbe modèle de l'effet de la torsion sur la résistance à la traction et le mécanisme de rupture du fil [22] 29
Figure 2-6: Image microscopique de la structure d'un fil issu de la filature classique [26] 30
Figure 2-7: Diagrammes de masse et de pilosité pour le fil Y1-LB9.5 32
Figure 2-8: Diagrammes de masse et de pilosité pour le fil Y2-E9.5 32
Figure 2-9: Diagrammes de masse et de pilosité pour le fil Y3-ROV1050 33
Figure 2-10: Courbes de traction du fil Y2 des 20 échantillons – courbe moyenne 34
Figure 2-11: Exemple du fil Y2: irrégularité et pilosité apparente au sein de la même bobine 34
Figure 2-12: Réponse en traction des 3 fils 34
Figure 2-13: Force maximale et déformation à la traction des fils 35
Figure 2-14: Pentes E1 et E2 des fils 36
Figure 2-15: Principe d'un métier à tisser [35] 37
Figure 2-16: Schéma d'une armure sergé 2/2 38
Figure 2-17: Courbes en traction de la force en fonction de la déformation des fils après tissage (quasi-UD) 39
Figure 2-18: Courbes de traction des fils Y1 (a), Y2 (b) et Y3 (c) avant et après tissage 40
Figure 2-19: Evaluation de la force maximale et la déformation des fils avant et après tissage (renfort quasi-UD) 41
Figure 2-20: Pentes E1 et E2 pour les fils avant et après tissage pour les renforts quasi-UD 42
Figure 2-21: Exemple d'une machine encolleuse industrielle [33] 43
Figure 2-22: Principe du foulardage à bain unique [39] 44
Figure 2-23: Schéma d'une armure toile 44
Figure 2-24: Courbes en traction des fils après tissage et traitement en direction chaine (a) et trame (b) 46
Figure 2-25: Courbes moyennes de traction pour les fils avant et après tissage : (a) tissu désencollé séché TI1-DS, (b) tissu désencollé séché ignifugé TI2-DSI, (c) tissu désencollé séché calandré TI3-DSI, (d) tissu TI4-Ecru 48
Figure 2-26: Effort et déformation maximales des fils avant et après tissage en (a) chaine et (b) trame 49

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Figure 2-27: Pentes E1 et E2 pour le fil Y2 avant et après tissage 50
Figure 2-28: Présentation de la machine DREF 2000 52
Figure 2-29: Principe de fonctionnement de la filature à friction [5] 52
Figure 3-1: Gamme de renforts existante [1] 58
Figure 3-2: Renforts usuels pour des applications composites [22] 60
Figure 3-3: Principe du bobinage des fils de chaîne 62
Figure 3-4: Principe de l'encollage [46] 62
Figure 3-5: Principe d'un métier à tisser [2] 63
Figure 3-6: Schéma d'une navette de métier à tisser 64
Figure 3-7: Photos du métier à tisser utilisé (EYRAUD [47]) (métier à lances) 65
Figure 3-8: Armures usuelles pour tissu technique [48] 66
Figure 3-9: Principe du système Jigger [50] 67
Figure 3-10: Séchage du tissu par un passage en rame [45] 67
Figure 3-11: Exemples de gammes de renforts utilisées : (a) UD2-Y2-E9.5, (b) UD3-Y3-ROV1050, (c) TI4-Y2-Ecru 70
Figure 3-12: Variation de la masse surfacique et de l'épaisseur en fonction de la gamme de renforts 72
Figure 3-13: Variation de la perméabilité à l'air en fonction de la gamme de renforts 73
Figure 3-14: Evolution d'un renfort quasi-UD (UD2) lors d'un essai de traction sens trame 74
Figure 3-15: Exemple de comparaison entre les réponses d'une mèche et d'un tissu en carbone après une sollicitation en traction uni-axiale [63] 75
Figure 3-16: Exemple de courbes de traction du tissu TI3-DSC dans la direction chaine (courbe moyenne et écart-type) 75
Figure 3-17: Exemple de courbes de traction quasi-UD UD2-Y2-E9.5 dans la direction trame (courbe moyenne et écart-type) 76
Figure 3-18: Courbes de traction Effort/fil en fonction de la déformation des renforts tissés : (a) en chaine, (b) en trame 78
Figure 3-19: Courbes de traction en effort/fil en fonction de la déformation des renforts quasi-UD dans la direction trame 79
Figure 3-20: Evolution de la force maximale et de la force maximale par fil pour le lot de tissus traités TI dans les directions (a) chaine et (b) trame 80
Figure 3-21: Evolution de la déformation à force max pour le lot de tissus traités TI dans les directions (a) chaine et (b) trame 81
Figure 3-22: Evolution de la force maximale et de la force maximale par fil pour le lot de tissus quasi-UD dans la direction trame 82
Figure 3-23: Evolution de la déformation maximale pour le lot de tissus quasi-UD dans la direction trame 82
Figure 3-24: Représentation des mesures E1, E2 et ε_0 sur une courbe de traction du quasi-UD UD3 83
Figure 3-25: Perte de l'ondulation ε_0 des quasi-UD en trame 84
Figure 3-26: Perte de l'ondulation ε_0 des tissus traités en chaine et trame 84
Figure 3-27: Pentes en effort E1 et E2 des renforts quasi-UD 85
Figure 3-28: Pentes en effort spécifiques E1, E2 des quasi-UD 85
Figure 3-29: Pentes en effort E1 et E2 des tissus traités : (a) en chaine, (b) en trame 87
Figure 3-30: Pentes en effort spécifique E1 et E2 des tissus traités en chaine et en trame 88
Figure 3-31: Mise en ouvre du procédé RTM [82] 92
Figure 3-32: Exemple d'emboutissage en (a) tétraèdre [24], (b) en hémisphère [97] et en boite carrée [95] 93
Figure 4-1: différentes gammes de renfort/ matrice utilisées [3] 102
Figure 4-2: Technique de l'infusion sous vide [7] 105
Figure 4-3: Méthode d'Ashby pour la sélection des matériaux en fibres végétales selon le type de renforcement, la matrice et le procédé de fabrication en fonction : (a) Propriétés en traction, (b) Propriétés spécifiques en traction [14] 107
Figure 4-4: Performances d'un matériau composite par rapport à la fibre et la matrice [5] 108
Figure 4-5: Protocole utilisé pour le procédé d'infusion sous vide 110

© 2017 Tous droits réservés.

Figure 4-6: Exemple d'un comportement non linéaire de composite à base de renfort unidirectionnel en lin [42] 114
Figure 4-7: Courbes de traction pour les composites des tissus traités en fonction de la déformation dans la direction (a) chaine et (b) trame 115
Figure 4-8: Courbes de traction pour les composites quasi-UD en fonction de la déformation dans la direction trame 116
Figure 4-9: Images MEB des faciès de rupture de la section transversale des composites dans les directions chaine (CH) et trame (TR) (grossissement ×30) 118
Figure 4-10: Images MEB des faciès de rupture des composites à base de tissus traités en direction chaîne (CH) et direction trame (TR) 121
Figure 4-11: Images MEB des faciès de rupture du composite (composite UD2- Y2) : (a) direction chaîne et (b) direction trame 122
Figure 4-12: Variation des propriétés mécaniques des composites avec les tissus traités dans la direction chaine 123
Figure 4-13: Variation des propriétés mécaniques des composites à base de tissus traités dans la direction trame 124
Figure 4-14: Comparaison des propriétés mécaniques des composites à base de tissus traités dans les directions chaine et trame (contrainte, déformation, modules E1 et E2) 126
Figure 4-15: Variation des propriétés mécaniques des composites à base de quasi-UD dans la direction trame 127
Figure 4-16: Variation des propriétés mécaniques des composites quasi-UD et tissus traités dans la direction trame (contrainte, déformation, modules E1 et E2) 129
Figure 4-17: Modules des composites tissus traités dans les directions (a) chaine et (b) trame ... 130
Figure 4-18: Modules des composites quasi-UD dans la direction trame 131
Figure 4-19: Variation du rapport des modules de pentes E1/E2 pour les composites à base de tissus traités dans les directions chaine et trame 132
Figure 4-20: Variation du rapport des modules de pentes E1/E2 pour les composites à base de quasi-UD dans la direction trame 133
Figure 4-21: Machine de thermocompression : La presse chauffante 134
Figure 5-1: Répartition théorique de la loi de STUDENT 143
Figure 5-2: Répartition théorique de la loi de distribution pour un IC de 95% (seuil $\alpha = 5\%$) 144
Figure 5-3: Propriétés mécaniques de différents fils : courbes de traction en fonction de la déformation aux échelles (a), (b) et (c) 146
Figure 5-4: Propriétés mécaniques des tissus traités : courbes de traction en fonction de la déformation aux échelles (a), (b) et (c) 151
Figure 5-5: Coefficients normalisés des composites en fonction de la contrainte maximale et la déformation dans la direction trame 160
Figure 5-6: Coefficients normalisés des composites à base des tissus traités en fonction de la contrainte maximale et de la déformation dans la direction chaine 161
Figure 5-7: Coefficients normalisés à différentes échelles du fil Y2 en fonction de la déformation 164
Figure 5-8 : Exemple de plan de marche 169
Figure 6-1: Production de non tissés en Europe pour l'année 2015 (en milliers de tonnes) [2] 172
Figure 6-2: Schéma de procédé par voie sèche (Drylaid) [8] 173
Figure 6-3: Schéma d'une carde [9] 173
Figure 6-4: Schéma de procédé par voie aérodynamique (Airlaid) [8] 174
Figure 6-5: Schéma de procédé par voie humide (Wetlaid) [8] 174
Figure 6-6 : Schéma du procédé par voie fondue (SpunLaid) [8] 175
Figure 6-7: Schéma du Principe d'aiguilletage [20] 176
Figure 6-8: Aiguilletage d'un non tissé 176
Figure 6-9: Schéma du Principe de la consolidation hydraulique [22] 177
Figure 6-10: Hydroliage d'un non tissé 177
Figure 6-11: Schéma du principe de la consolidation chimique [20] 178
Figure 6-12: Image MEB de la surface d'un non tissé en cellulose obtenu par voie sèche et pulvérisation [22] 178

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Figure 6-13: Schéma du principe de la consolidation thermique [20] 179
Figure 6-14: Image MEB de la surface d'un non tissé en cellulose obtenu par voie sèche et consolidé thermiquement *(à gauche)* et par thermofusion *(à droite)* [22] 179
Figure 6-15: Présentation du procédé de fabrication du non tissé ECOTECHNILIN [43]..... 181
Figure 6-16: Opération de nappage des couches de voile de lin [43] 181
Figure 6-17: Un échantillon de non tissé à base de fibres de lin (300 $g.m^{-2}$)..... 182
Figure 6-18: Dispositif de mesure de flexion sèche..... 184
Figure 6-19: Exemple d'un essai de traction sur un non tissé 185
Figure 6-20: Traçage de zones pour le calcul de la variation des surfaces lors d'un test de traction non tissé : Exemple NT1-300..... 186
Figure 6-21: Exemple d'un test de traction simple pour un échantillon de NT1-300 dans la direction machine 186
Figure 6-22: Variation de la masse surfacique et de l'épaisseur en fonction de la gamme de renforts 187
Figure 6-23: Variation de la perméabilité à l'air et de la masse volumique en fonction de la gamme de renforts..... 188
Figure 6-24: Courbes moyennes effort-déformation : Non Tissé NT1-300 dans les directions CD et MD 190
Figure 6-25: Courbes moyennes effort-déformation : Non Tissé NT2-450 dans les directions CD et MD 190
Figure 6-26: Courbes moyennes effort-déformation : Non Tissé NT3-300HD dans les directions CD et MD..... 191
Figure 6-27: Courbes moyennes effort - déformation: Non Tissé NT4-600BFC dans les directions CD et MD..... 191
Figure 6-28: Courbes moyennes effort - déformation: Non Tissé NT5-600LTD dans les directions CD et MD..... 192
Figure 6-29: Courbes moyennes effort-déformation: Non Tissé NT6-1000BFC dans les directions CD et MD..... 192
Figure 6-30: Variation de la surface locale en fonction de la déformation globale lors d'un test de traction : échantillon NT1-300 dans la direction (a) transversale et (b) machine 194
Figure 6-31: Variation de la surface locale en fonction de la déformation globale lors d'un test de traction: échantillon non tissé NT2-450 dans la direction (a) transversale et (b) machine 195
Figure 6-32: La rigidité en flexion pour les non tissés NT1-300 et NT2-450..... 196
Figure 6-33: La rigidité en flexion pour les non tissés NT4-600BFC, NT5-600LTD et NT6-1000BFC 197
Figure 6-34: Variation de la force maximale des non tissés dans les directions MD et CD 198
Figure 6-35: Variation de la déformation à force maximale des non tissés dans les directions MD et CD 200
Figure 6-36: Variation de la première pente des non tissés NT1-300, NT2-450 et NT3-300HD. 201
6-37 202
Figure 6-38: Emboutissage d'un renfort tissu à base de fibres de verre : exemple de défaut [76] 203
Figure 6-39: Banc d'emboutissage GEMTEX..... 206
Figure 6-40: Exemple d'échantillons non tissés avec un marquage correspondant à un poinçon hémisphérique (à droite) et boite carrée (à gauche) 207
Figure 6-41: Exemples de résultats d'emboutissage Non tissé..... 208
Figure 6-42: Evolution du non tissé NT2-450 lors d'un emboutissage avec un poinçon hémisphérique et une pression serre-flan de 0,2 MPa..... 209
Figure 6-43: Principe de mesure de l'avalement: Exemple de poinçon hémisphérique [79] 210
Figure 6-44: Avalement maximal des échantillons NT1-300 et NT2-450 emboutis 211
Figure 6-45: Protocole de mesure des surfaces locales pour un emboutissage hémisphérique 214
Figure 6-46: Augmentation en pourcentage de la surface locale de chaque zone pour un non tissé NT1-300 embouti 215
Figure 6-47: Augmentation en pourcentage de la surface locale de chaque zone pour un non tissé NT2-450 embouti 216

© 2017 Tous droits réservés.

Figure 6-48: Zones de déformation après un emboutissage boite carrée (exemple du NT2-450 0/90°) 217
Figure 6-49: Zones de déformation après un emboutissage boite carrée (exemple du NT2-450 ± 45°) 218
Figure 6-50: Plissement d'un renfort non tissé (NT2-450 à 0,01 MPa, boite carrée) 219
Figure 6-51: Disparition du plissement avec une forte pression de serre-flan (NT2-450 à 0,2 MPa, boite carrée) 219
Figure 6-52: Glissement et endommagement d'un non tissé embouti (exemple NT1-300) 220

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

GLOSSAIRE

Aiguilletage : Technique utilisée pour la consolidation d'un voile de fibres en un non tissé

Armure : Mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame en tissage

Andain : Alignement des tiges de lin dans le champ après l'arrachage pour le rouissage à terre.

Analyse de Cycle de Vie (ACV) : Outil de l'écoconception considéré comme global, ce sont des multicritères qui permettent de quantifier les impacts environnementaux d'un produit ou d'un système. Le caractère global signifie que l'ensemble du cycle de vie du produit ou du système est pris en compte dans l'analyse. Cet outil est normalisé ISO 14040 et 14044.

Anas : Bois situé au centre de la tige de lin. Les anas sont séparés de la tige lors de l'opération de teillage et sont utilisés pour la réalisation de panneau d'aggloméré ou comme litière ou paillage. Dans la tige de chanvre, le bois s'appelle la chenevotte.

Arrachage : Première étape de la récolte du lin. Les tiges sont arrachées et déposées sous forme d'andains au sol pour l'étape de rouissage.

Cantre : Support sur lequel sont disposés des bobines ou des cônes pour être dévidés

Canette : Bobine pour équiper la navette d'un métier à tisser

Carbonisage : Traitement appliqué à la laine pour éliminer les débris végétaux

Cardage : Travail sur les fibres textiles afin de les démêler à l'aide de cardes (naturelles ou industrielles). Une carde est munie de brosses garnies de pointes métalliques recourbées.

Compte de fil : Nombre de fils de chaîne par centimètre

Dégraissage : Traitement pour éliminer la paraffine, les huiles de tricotage et les impuretés végétales

Désencollage : Opération pour éliminer l'amidon et les colles prévues pour le tissage

Duite : Fil de trame

Duitage : Nombre de fils de trame par centimètre

Enduction : Traitement qui consiste à déposer, sur 1 ou 2 faces d'un textile, une substance qui lui confère des propriétés nouvelles

Empeignage : Largeur des fils de chaîne montés sur un métier à tisser après son passage dans le peigne

Ensouple : Rouleau support sur lequel est enroulée une grande quantité de fils

Étoupes : Classification des « fibres courtes ». Les étoupes entrent dans la fabrication de tissus techniques, de matériaux composites, de cordes et de papier.

Foule : Nappe de fils en tissage

Laize : Largeur d'une étoffe

Long brin : Fibres longues (assemblage de fibres sur la hauteur de la plante) de lin après teillage, également appelées filasse.

Lisse : Organe sur métier à tisser qui permet d'obtenir le mouvement des fils de chaine

© 2017 Tous droits réservés.

Mèche : Etape du fil entre le ruban de carde et le fil final

Navette : Support de canette sur métier à tisser ou boitier de fil sur machine à coudre

Ourdissage : Opération qui consiste à enrouler des fils sur une ensouple

Peignage : Opération que l'on fait subir aux fibres textiles, en utilisant un peigne, pour en éliminer complètement les impuretés, les faisceaux de fibres les plus courts (étoupes de peignage), pour les individualiser et les paralléliser. Après peignage les fibres se présentent sous forme de ruban utilisable par les filateurs.

Peigne : Elément du métier à tisser constitué d'un cadre de série de câbles très fin et tendus. Il permet la répartition des fils de chaine et le tassage du fil de trame.

Pris : Fil de trame qui passe en dessous d'un fil de chaine

Retournement : Opération exercée sur les tiges de lin au cours de l'étape de rouissage afin d'obtenir un rouissage homogène.

Rouissage : Décomposition des pectines assurant le collage des fibres entre elles (au sein du faisceau) et avec le reste de la tige. Le rouissage est généralement réalisé au sol mais d'autres techniques existent tels que le rouissage à l'eau (interdit en milieu naturel pour des problèmes de pollution), le rouissage enzymatique ou le rouissage chimique.

Teillage : Opération de battage mécanique ou manuel qui permet de séparer les fibres des tiges de chanvre ou de lin du bois, afin d'obtenir de la filasse.

Tubulaire : Structure en tube obtenue par tissage/tressage ou tricotage

Vecteur : Organe d'insertion du fil de trame lors du tissage, il dépend du type du métier à tisser

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux textiles à base de fibres naturelles connaissent aujourd'hui une évolution croissante dans tous les secteurs industriels. Les fibres naturelles, en particulier végétales, s'intègrent dans le marché du composite, majoritairement occupé par les fibres de verre et de carbone. Elles sont utilisées et fonctionnalisées pour des applications techniques telles que le transport et la construction [1,2]. Le marché des fibres de verre est très développé et dominant pour la production de matériaux composites ; 11% du volume de pièces est actuellement élaboré à partir de fibres naturelles [3], et cette part est en augmentation d'environ 10% par an. A l'horizon 2020, on estime à 22% la part des fibres naturelles dans le marché des composites étant donné qu'elles présentent des performances mécaniques attrayantes. Pour cette raison, il paraît intéressant d'investiguer le potentiel de ces fibres face à la concurrence des fibres de verre.

Parmi ces fibres végétales, les fibres de lin présentent un grand intérêt en tant que renfort pour les biocomposites. Le lin est largement disponible en Europe et plus particulièrement en France qui produit 80% des ressources européennes des fibres végétales (avec 60 000 ha de lin et 10 000 ha de chanvre). Par ailleurs ces fibres présentent de bonnes performances mécaniques et une faible densité qui leur permettent de concurrencer les fibres de verre [1,2,4-9]. Toutefois, elles présentent des caractéristiques spécifiques telles que la dégradation à température élevée, l'influence de l'humidité et surtout la variabilité qui freinent leur utilisation à grande échelle. Cette variabilité est relative au caractère naturel de la fibre mais aussi aux différents procédés d'élaboration, de transformation et de traitement afin d'obtenir le composite final [5-7]. Dans ce contexte, la maîtrise de la variabilité à multi-échelle est un enjeu majeur pour valoriser les composites à fibres végétales.

Sur cette problématique le projet SINFONI a été créé afin de fédérer la filière nationale d'approvisionnement « fibres techniques végétales lin et chanvre à usage matériaux » en réunissant des acteurs industriels et académiques complémentaires sur l'ensemble de la chaîne de valeur. Ce projet a les objectifs suivants :

- Garantir aux industriels d'application la disponibilité en volume et en prix d'une gamme de granulats, fibres et renforts (compounds, non tissés, UD, tissés) pour les marchés du bâtiment et des composites

© 2017 Tous droits réservés. lilliad.univ-lille.fr

- Fournir des matières végétales à performance optimisée

- Certifier que la chaîne d'approvisionnement amont respecte des standards de qualité, avec la mise en œuvre d'une démarche de traçabilité

- Fournir des matières apportant des gains environnementaux démontrés.

Coordonné par la société FRD, ce projet rassemble 19 partenaires des fibres (Calira, Decock, FRD, La Chanvrière), des Renforts et solutions connexes (APM, EcoTechnilin, Eyraud et Total), des Matériaux (Bombardier, Faurecia, Lafarge, Soprema, Stratiforme) avec un appui des partenaires académiques et Centres Techniques (Cetelor, Crepim, Inra, Ensait, Ecole des Mines de Douai, Université Lille 1). S'intégrant dans le cadre des Plans d'Investissements d'Avenir (PIA/PSPSC) et labellisé par les pôles IAR, UPTEX, TECHTERA, FIBRES-ENERGIVIE, ce projet est d'une durée de 5 ans (2012-2017) et d'un budget total de 14,5 M€.

Ces travaux de thèse, financés dans le cadre de ce programme, s'intègrent dans le Lot 3 dédié à l'échelle des préformes et à l'optimisation de leurs propriétés. La compréhension du comportement du renfort et du composite est indispensable pour garantir la qualité du produit final. De nombreuses études ont traité de la variabilité des propriétés des fibres naturelles, mais en se limitant à l'échelle des fibres et/ou de leur influence sur les propriétés à l'échelle des composites, en omettant cette échelle des préformes. Pour cette raison, l'analyse de la variabilité des performances mécaniques est réalisée par un suivi qualité matière sur plusieurs échelles. Le but est de définir les préformes optimales qui répondent aux besoins des partenaires industriels en y associant les paramètres d'élaboration à ces différentes échelles. L'objectif est de créer des fiches techniques et certifier la chaîne des biomatériaux. Cette certification peut offrir des garanties aux industriels ainsi que valoriser l'usage de ces matériaux dans le marché des composites.

La démarche expérimentale consiste à identifier les paramètres les plus pertinents aux différentes gammes de renforts et d'étudier leur influence plus particulièrement sur les propriétés mécaniques. Ainsi, l'étude est portée sur différents lots de matières et types de renforts : le travail est mené à l'échelle du fil, des préformes (tissus, non tissés, unidirectionnel) et enfin du composite pour considérer l'ensemble des paramètres entrant en jeu. Ensuite, à partir de ces caractérisations, une corrélation entre ces paramètres sera conduite.

Ce manuscrit est scindé en six chapitres qui disposent chacun de leurs citations bibliographiques. Par ailleurs, une définition terminologique est introduite dans **le glossaire** afin de définir les termes techniques spécifiques à cette étude.

Dans **le chapitre 1**, un état de l'art des fibres naturelles à usage technique est présenté. Le potentiel des fibres naturelles, et plus particulièrement des fibres de lin, est détaillé en expliquant l'intérêt de leur utilisation comme un produit technique innovant. Enfin, l'étude des caractéristiques des fibres de lin permet de dresser les avantages ainsi que les inconvénients liés à leur constitution et leurs performances mécaniques.

En commençant par les premières transformations de notre chaîne de valeur, on traite au **chapitre 2** l'échelle fil ou mèche de lin. Les propriétés intrinsèques des fils comme le type de matériaux réalisés (mèche, ruban, multi-filaments..), le type de filature (mouillé ou sec) et la torsion appliquée sont définis. Nous disposons pour cette étude de 3 fils étoupe, long brin et roving. Une première étude de l'influence du type de fil ainsi que la torsion sera réalisée. De surcroît, l'effet du tissage à l'échelle fil est étudié. Pour cette raison, des fils sont prélevés après tissage, dans les sens chaine et trame, et sont testés en traction.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Le chapitre 3 concerne l'échelle des préformes tissées où les fils sont alignés et entrelacés selon un motif précis appelé armure. Plusieurs critères sont à considérer à cette échelle tels que l'orientation du tissu, l'armure, la densité surfacique, l'humidité, la densité de fils/ cm (contexture) etc. Dans notre gamme de produits, différents types de renforts et armures sont proposés. Une première gamme de renfort concerne des quasi-unidirectionnel (quasi-UD) où les fils de renfort sont disposés parallèlement dans une direction et des fils de liage sont insérés avec une faible densité, dans la direction perpendiculaire. Ces UD sont réalisés avec les trois différents types de fil introduits dans le chapitre 2. La seconde gamme de renforts concernée par cette étude expérimentale est composée de tissus bidimensionnels avec le même fil entrelacé dans les deux directions mais ayant subi différents traitements. L'influence de ces traitements est analysée sur les caractéristiques mécaniques de ces tissus.

Dans le chapitre 4, l'échelle composite est traitée. Les renforts (UD, tissus), introduits préalablement, sont mis en œuvre avec un procédé d'infusion sous vide d'une résine époxy. Pour une étude comparative, un protocole de mise en œuvre a été établi afin d'avoir un taux de fibres voisinant les 30-40%. Plusieurs paramètres sont à considérer à l'échelle composite tels que le taux volumique de fibre (Vf), l'interface matrice/fibres, la porosité de la plaque et l'orientation des fibres. Le composite est ensuite caractérisé en traction simple puis en microscopie MEB pour les faciès de rupture.

Après les différentes caractérisations mécaniques menées à chaque échelle (fil, préforme et composite), l'analyse est complétée dans **le chapitre 5** par une démarche multi-échelle. Le but est de corréler les paramètres et croiser leurs influences suivant le plan d'expérience. Dans cette optique, un suivi de caractérisation est réalisé pour une même qualité de fil et sur toute la chaîne de production afin d'étudier l'impact réel de chaque paramètre aux différentes étapes du produit. L'influence des critères, comme le type ou la torsion du fil et les traitements post-tissage est étudiée statistiquement afin d'isoler l'impact de chaque paramètre.

Pour **le chapitre 6**, le cas particulier d'un renfort non tissé est étudié. Le non tissé est un voile de fibres de lin où l'orientation des fibres est aléatoire. Il est renforcé par différents types de consolidation (mécanique, chimique ou thermique) [11], dans le cas de notre étude le non tissé est aiguilleté. Pour cette analyse, la déformabilité du non tissé lors du préformage est étudiée ainsi que le comportement mécanique en traction. Le comportement spécifique lors du préformage conduit à reconsidérer les critères de déformabilité communément étudiés sur les renforts orientés. Des analyses globales et locales sont ainsi réalisées afin de comprendre le comportement du non tissé et les variations de densité de fibres.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Références

[1] D. U. Shah. « Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review». Journal of Materials Science, Vol. 48, pp.6083–6107, 2013

[2] G. Kornis, Arlindo Silva, Mihail Fontul. « Green composites: A review of adequate materials for automotive applications». Composites Part B, Vol. 44, pp.120–127, 2013

[3] Données 2012. F. Reux, JEC-Group

[4] J. Biagiotti, D. Puglia,, J.M. Kenny. « A review on natural fibre-based composites-part I: Structure, processing and properties of vegetable fibres». Journal of Natural Fibers, Vol.1(2), pp.37-68, 2004

[5] F.P. La Mantia, M. Morreale. « Green composites: A brief Review ». Composites Part A, Vol.42, pp.579-588, 2011.

[6] C. Baley. « Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase ». Composites Part A, Vol.33, pp.939 – 948, 2002

[7] J. Moothoo et al. « A study of the tensile behaviour of flax tows and their potential for composite processing ». Materials and Design, Vol.55, pp.764-772, 2014

[8] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest. «Natural fibres : can they replace glass in fibre reinforced plastics ? ». Composites Science and Technology, Vol.63, 2003.

[9] 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, Vol.56, pp.280–289, 2014

[10] L. Yan, PN. Chouw, K. Jayaraman. « Flax fibre and its composites – A review». Composites Part B, Vol. 56, pp. 296– 317, 2014.

[11] D. Das. « Introduction to composite nonwovens: Composite Non-Woven Materials Structure, Properties and Applications ». Woodhead Publishing Series in Textiles, pp.1–19, 201, 2014

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

1 ETAT DE L'ART : GENERALITES SUR LES FIBRES DE LIN A USAGE TECHNIQUE

1.1 Contexte : Potentiel du lin pour des applications techniques : Echelle fibre

1.1.1 Mise en situation : Présentation des composites biosourcés

Face aux enjeux environnementaux et économiques actuels, les pouvoirs publics ont développé des politiques incitatives afin que les industriels innovent tout en réduisant leur dépendance aux ressources fossiles. Or, le marché du composite est essentiellement composé de produits très énergivores, difficiles ou coûteux à recycler. Ce contexte économique a suscité l'émergence des fibres naturelles en substitution des fibres synthétiques, car en tant que ressources végétales elles répondent à deux impératifs : étant renouvelables, elles limitent l'utilisation de ressources d'origines fossiles et étant des puits de carbone, elles permettent de stocker le dioxyde de carbone. Produites pour la grande majorité en Europe, elles constituent en outre une ressource locale de proximité.

Néanmoins, malgré ce fort intérêt, il subsiste encore des réticences à leur utilisation comme alternatives aux fibres de verre et de carbone pour des applications techniques de par certaines limites comme la dégradation de la matière au-delà de 200-230 °C, la variabilité de ces propriétés, la sensibilité à l'humidité ainsi que la difficulté des procédés d'élaboration et de transformation [1-8].

Pour les applications techniques, la fibre de lin est utilisée sous 2 formes : fibres courtes (de l'ordre du cm) injectées directement dans des matrices et sous forme de fibres longues

© 2017 Tous droits réservés. lilliad.univ-lille.fr

(de l'ordre du dm) avec les fils et les préformes où plusieurs étapes sont nécessaires pour arriver jusqu'au composite. Notre étude portera sur ce type de fibres longues à plusieurs échelles (fils, renfort sec, composite).

- *Contexte économique*

Si l'utilisation des fibres naturelles par l'homme remonte à l'antiquité, l'utilisation marquée des fibres végétales dans les biocomposites date des années 90. Cette émergence s'est traduite par la création d'associations (exemple : FIMALIN [9]), de sociétés de recherche et développement (exemple : FRD [10]). Et ce qui a commencé au début par des petites productions, est actuellement valorisé économiquement par le biais de projets industriels de plus en plus conséquents [11-14]. Le contexte économique actuel rend la fibre de lin attrayante pour les industriels et notamment en Europe où l'offre proposée permet de satisfaire les demandes avec des taux de production dépassant 80 % de la production mondiale en 2014 [15]. Occupant la majorité du marché international, la France réunit plusieurs leaders et coopératives linières et chanvrières. Cette profession est principalement organisée autour de deux comités : la Confédération Européenne du Lin et du Chanvre (CELC [16]) et le Comité Interprofessionnel de la Production Agricole du Lin (C.I.P.A.LIN [17]). Ces deux organismes assurent le développement du marché du lin et la valorisation des fibres végétales à l'échelle internationale.

De nombreux programmes collaboratifs tels que DEFIBREX, FIBRAGEN, SSUCHY (financements ANR), BIONICOMP, FINATHER (FUI), SINFONI, FIABILIN (financement PIA/PSPC), TRAMPLIN (financement PIAVE) ont été lancés au cours de ces dernières années principalement avec le pôle de compétitivité Industries et Agro-Ressources (IAR) [13]. Parmi les récents projets, la société FRD a lancé le projet SINFONI pour structurer la filière des fibres végétales et la CELC a implanté le programme UltraLin afin de promouvoir les fibres européennes de Lin de haute qualité.

Localement le savoir-faire de l'ensemble des agriculteurs, teilleurs et tisserands apporte une valeur ajoutée à la chaîne de valeur. Pour les applications techniques, la transformation du lin est une opération très délicate et importante afin de garantir la qualité de la fibre et ses performances mécaniques. Pour le coût, le prix du lin change considérablement ces avec la grande demande. Si on prend le cas des fibres longues, le prix peut varier entre 1,70 € et 2,50 € le kilo, en fonction de la qualité [14].

Plus généralement, le lin est très utilisé en fibres longues sur le marché du textile surtout dans l'habillement, le linge de maison et l'ameublement comme indiqué dans la **Figure 1-1**. Pour les fibres courtes, difficile à filer et tisser, elles sont plutôt intégrées en papeterie. Les tissus techniques (5% des fibres de lin) sont surtout à destination du marché de composite

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

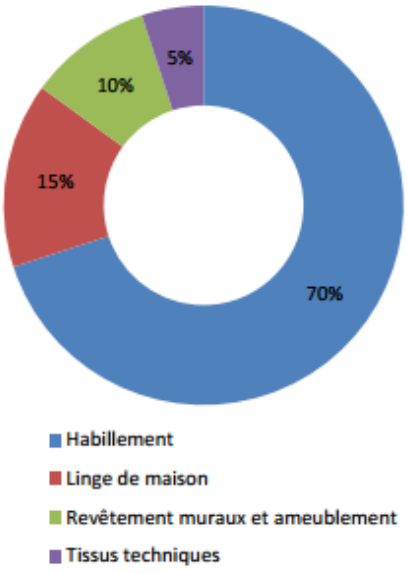


Figure 1-1: Répartition de l'utilisation du lin [14]

- Enjeux environnementaux

L'utilisation de composites biosourcés permet de diminuer le bilan énergétique, les émissions de CO2 et ainsi de polluer moins que les composites à fibres synthétiques. Tout d'abord, la fibre de lin est une fibre très présente en France donc valorisée localement. De plus, la culture des fibres de lin en Europe est éco-responsable étant donné que l'irrigation des champs n'est pas nécessaire et l'utilisation de combustibles fossiles est réduite. Par ailleurs, la culture peut être intégrée dans un système de rotation de plusieurs années ce qui permet de rentabiliser les cultures des années suivantes. Tout ce qui est dans la tige, plante ou la graine peut être utilisé. Une étude exhaustive publiée par Le Duigou et al. [18] montre que la quasi-totalité des indicateurs prouve une réduction sur l'impact environnemental avec les fibres de lin en comparaison des fibres de verre. La comparaison a été faite pour un kilogramme de chaque type de fibre et les fibres de lin utilisées sont des fibres de type Hermès destinées aux matériaux composites. D'après la **Figure 1-2**, la chaîne de production des fibres de lin permet de réduire le bilan environnemental par rapport à celles de verre avec une diminution de 98% de la toxicité sur l'homme, de 90% de l'épuisement des ressources abiotiques et plus particulièrement l'indicateur de l'échauffement climatique est négatif.

De surcroît, la chaine de fabrication des composites peut générer d'importantes quantités de déchets. Pour cette raison, la gestion et ré-utilisation des chutes de fabrication est très importante afin de réduire le bilan environnemental, comme démontré dans Renouard et al. [19]. En outre, Baley et al. [20] ont démontré que la perte des propriétés mécaniques d'un composite chanvre/PP est négligeable par rapport à celles d'un composite verre/PP après recyclage. Dans cette optique, un projet nommé RECYTAL a été monté afin de réduire les pertes lors de la fabrication des pièces automobiles. Il a pour objectif de recycler les chutes de production et les revaloriser en les broyant et les incorporant dans de nouvelles pièces [21].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

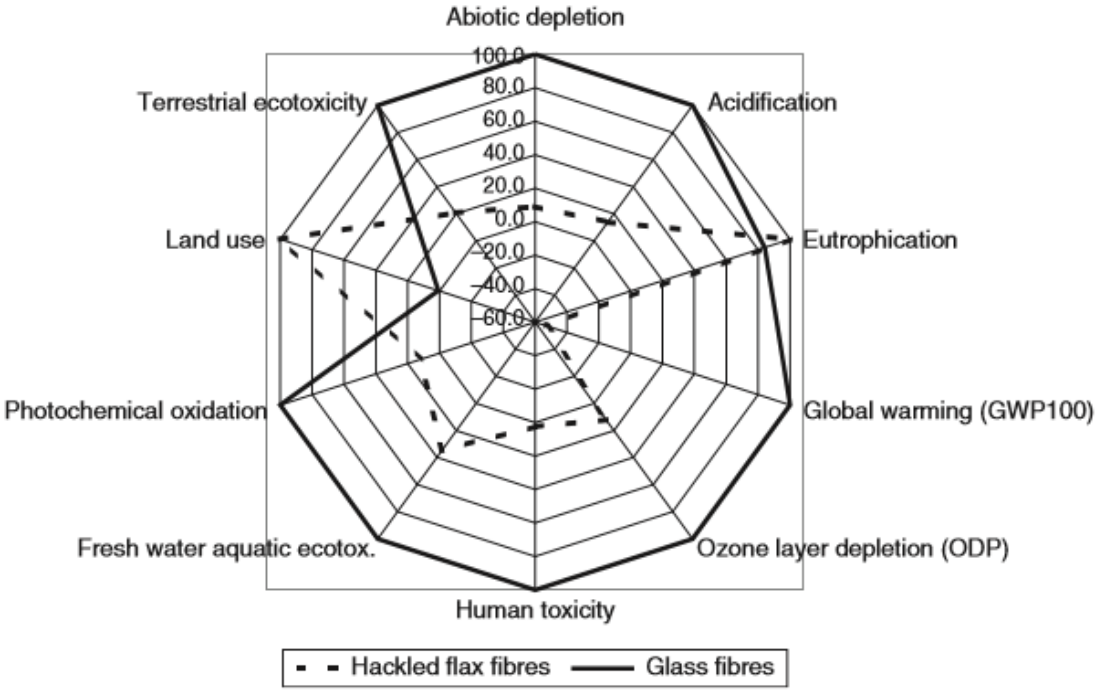


Figure 1-2: Impact environnemental des fibres de lin *vs* les fibres de verre [18]

- Domaines d'applications

Les nouvelles réglementations afin de réduire l'empreinte de carbone incitent les industriels à opter pour l'écoconception. Dans cette démarche le choix des matériaux est primordial pour chaque application [22,23]. A cet effet, Ashby Plots [23,24] constitue une méthode très efficace pour réaliser une comparaison des propriétés mécaniques des composites biosourcés avec les autres matériaux (fibres naturelles, fibre de verre, les métaux…). En effet, la corrélation entre les paramètres permet d'optimiser les performances des composites biosourcés en combinant le matériau, l'architecture, la mise en œuvre avec l'application nécessaire. Dans sa publication [26], Shah a montré les avantages de l'utilisation des composites renforcés avec les fibres naturelles en utilisant cette approche. Comme exemple, Shah et al. [6] ont étudié le cas de deux turbines à vent fabriquées respectivement avec des renforts en fibres de verre et de lin. Ils ont pu démontrer, grâce à cette étude comparative, le potentiel des fibres de lin grâce à un matériau plus léger et des propriétés mécaniques qui répondent aux attentes industrielles.

Le premier domaine touché par l'émergence des fibres végétales est le bâtiment et plus particulièrement l'écoconstruction. Les fibres de lin ou de chanvre viennent renforcer les matériaux de construction surtout utilisés pour l'isolation thermique. En effet, les propriétés physiques ainsi que la finesse de leurs fibres leur confèrent de bonnes propriétés thermiques et acoustiques [27]. La forme la plus utilisée est le non tissé avec sa forte porosité. Une nouvelle gamme appelée PANOLIB, dédiée aux domaines de la construction et de l'agencement est proposée par la société CoDEM. Elle consiste en un panneau biosourcé en structure sandwich à très faible densité. Le panneau est adapté aux besoins en résistance mécanique, résistance au feu, hydrofugation et durabilité [21].

Une autre application intéressante, actuellement en phase de prototypage, est une éolienne dédiée à l'éclairage publique (**Figure 1-3**.(a)). Les fibres de lin lui confèrent à la fois une bonne résistance mécanique et une légèreté [28].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Dans le domaine du sport et loisirs, divers produits à base de fibres végétales ont été commercialisées. Les fibres de lin ont été intégrées pour leurs performances très techniques. Parmi ces produits, le casque de VTT Urge composé de fibres de lin qui procurent au casque une légèreté et une meilleure absorption des chocs (**Figure 1-3**.(b)). Les fibres de lin sont aussi utilisées dans la structuration des vélos comme le BioMobile afin de permettre de réduire le poids du produit sans abaisser la rigidité et la durabilité. Un autre exemple est le paddle éco-conçu (**Figure 1-3**.(c)) qui allie performance mécanique et légèreté [28] ou le prototype de canoé à base de renfort UD de lin (**Figure 1-3**.(d)). LINEO a développé avec Décathlon une raquette de tennis à base de fibres de lin et de carbone avec une bonne absorption des vibrations (JEC AWARD 2010).

Un autre marché en développement est l'industrie du transport et particulièrement automobile avec des matériaux plus légers à la place des fibres de verre [12,28]. Les fibres de lin sont incorporées dans des objets tels que le tableau de bord, le fond de coffre et le toit pour automobile [28]. Dans ce contexte, le projet CARBIO développe un toit de voiture hybride à base de 50/50 fibres de lin/carbone. Le composite hybride réduit le coût de 50%, le poids de 7% et augmente sa capacité d'amortissement des vibrations de 58%. Différents constructeurs tels que CITROËN, JAGUAR, MERCEDES, OPEL, PEUGEOT ont investi dans ces produits [28]. En outre, APM, racheté en 2014 par le groupe FAURECIA a lancé différentes gammes de produits renforcés en fibre de chanvre et destinés à la réalisation et la structuration des pièces automobiles [21]. En prime, parmi les derniers projets proposés, un prototype de cabine ferroviaire, réalisée dans le cadre du projet SINFONI et fabriqué à base d'un mélange de lin et de chanvre, a été exposé au salon JEC 2017.

Enfin, une nouvelle industrie, qui s'intéresse aux fibres végétales, est l'aéronautique avec plusieurs projets en cours. La société FIMALIN collabore actuellement avec la société SAFRAN sur un projet pour la fabrication des sièges d'avion en fibres de lin. L'avantage de l'utilisation du lin est la légèreté du produit, un critère vital pour le produit final. Par conséquent, le lin peut apporter une valeur ajoutée, dans cet exemple la faible densité, aux produits hautement techniques. Dans cette même optique, l'entreprise ECOTECHNILIN a produit, en 2015, un composite bio-sourcé appelé FibriRock [21] à base de lin et de basalte utilisé pour l'allègement du chariot pour l'aéronautique SMARTCART (**Figure 1-3**.(f)).

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

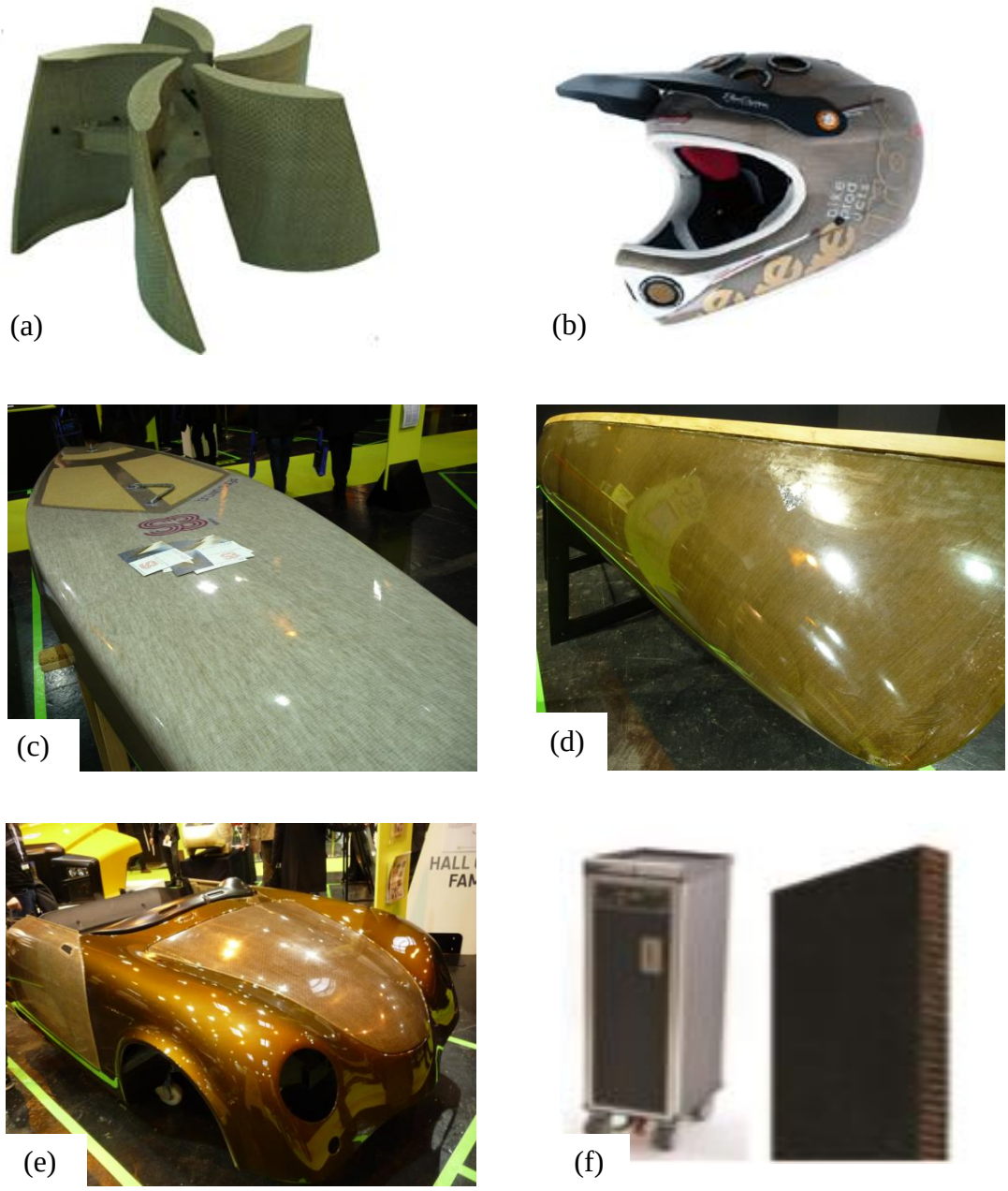


Figure 1-3: Exemples d'applications composites à base de fibres végétales
(a) Eolienne à base de fibres de lin [28], (b) *Urge* casque à base de fibres de lin [28], (c) *Paddle* à base de fibre de lin [JEC 2013], (d) Canoé à base d'UD de lin [JEC 2013], (e) Modèle de coque de voiture [JEC 2013], (f) *Fibrirock* en peaux de lin/basalte pour l'aéronautique SMARTCART [21]

1.1.2 Les caractéristiques de la fibre de lin

Plusieurs paramètres sont à considérer à l'échelle fibre tels que la nature des fibres (origine, variété, âge), procédé d'extraction, procédé de séparation, diamètre, longueur, facteur de forme, angle des micro-fibrilles de cellulose (MFA), conditions d'environnement et traitements appliqués [2,30,31]. Les fibres élémentaires produites en France ont fait l'objet de plusieurs études afin de tester les différentes variétés. Dans divers publications, Lefeuvre et Baley [31-34] ont étudié jusqu'à douze différentes variétés

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

françaises de lin et ont démontré que l'impact de la variété et les conditions de culture sur les propriétés des matériaux sont très faibles. De surcroît, même s'il existe une importante variabilité au sein des faisceaux de lin, leurs performances mécaniques, plus particulièrement la résistance mécanique spécifique, restent élevées et compétitives avec les autres fibres.

La majorité des fibres de lin utilisées sont extraites des tiges des plantes [2,35]. Une botte de paille de lin se compose de plusieurs ratios de produits, selon l'année de culture. D'une manière générale, elle contient majoritairement des anas (résidus de paille) avec des valeurs entre 45-52% de paille, 15-25% de lin teillé (fibres longues), 8-15% d'étoupes (fibres courtes), 5-10% de graines et enfin 5-8% de poudres [13]. Notre étude portera plus sur les caractéristiques des fibres longues et des étoupes.

- Morphologie

Les tiges de lin extraites ont un diamètre de 2–3 mm. Elles subissent différents traitement mécaniques tels que le rouissage, le teillage et le peignage pour obtenir des fibres techniques faisant un diamètre de 50–100 µm comme illustré sur la **Figure 1-4**. Les fibres de lin issues des variétés françaises ont une longueur moyenne entre 4-80 mm et un diamètre moyen de 20 µm : Ariane 2002 : 21,6 ± 1,0 µm, Hermès 2002 : 21,0 ± 7,0 µm, Oliver 2002 : 17,0 ± 3,7 µm [30].

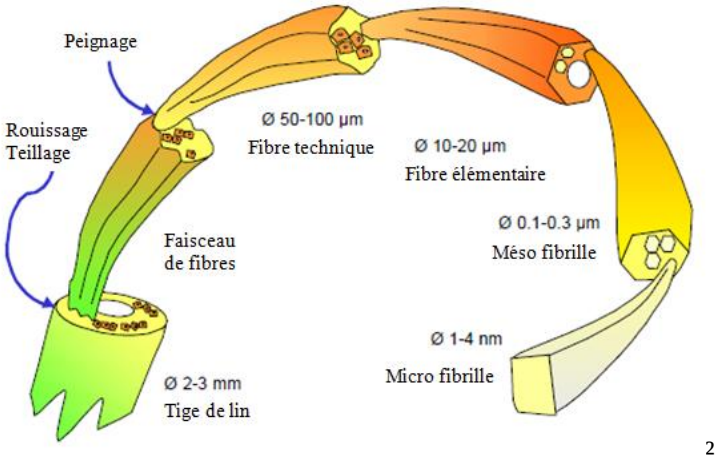


Figure 1-4: Schéma représentant l'évolution de la fibre de lin [36]

Pour sa composition, la fibre unitaire, le plus petit élément délimité par une paroi, est constituée principalement de cellulose à 64-85%, 5-20% d'hémicellulose, 0-5% de lignines et 2-20% de pectines partagés principalement en 3 différentes couches [37]:

- Une lamelle moyenne contenant l'hémicellulose et la pectines-lignine
- Une paroi primaire contenant la cellulose-hémicellulose, la pectine-lignine
- Une paroi secondaire contenant la cellulose et l'hémicellulose

La fibre de lin, à maturité, est composée de deux parois cellulaires comme indiqué à la **Figure 1-5**: une paroi primaire fine et une deuxième paroi épaisse contenant 3 couches S1, S2 et S3. Ces couches comportent majoritairement de la cellulose et quelques polysaccharides [2,30]. La deuxième couche S2 présente 80% de la section de la fibre et est renforcée par des fibrilles de cellulose orientées à environ 10° par rapport à l'axe de la fibre (**Figure 1-5**). La fibre de lin peut être assimilée à une structure composite où la

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

cellulose joue le rôle d'armature dans la fibre, entourée d'une matrice amorphe d'hémicellulose, de lignine et de pectines.

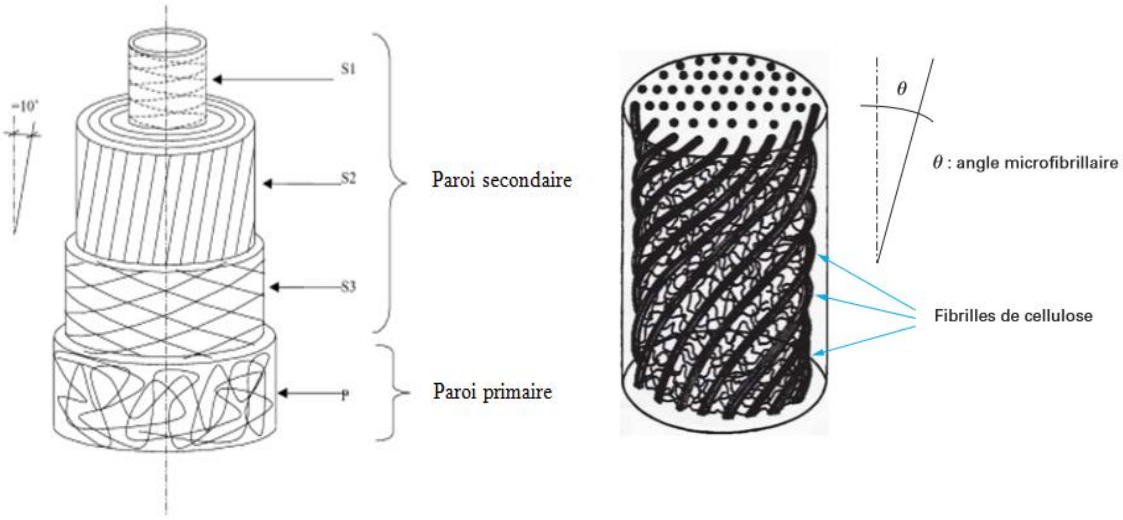


Figure 1-5: *A gauche.* Composition de la fibre végétale [2]; *A droite.* Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [36]

Une autre caractéristique due à la morphologie de la fibre est la variabilité du diamètre le long de la fibre. En d'autres termes, la fibre végétale se développe sur l'axe vertical plus que l'axe radial jusqu'à arriver à maturité. Les fibres situées à la tige se développent d'une façon non uniforme sur l'axe radial (**Figure 1-6**). Cette dispersion importante de dimension rend le calcul du diamètre ainsi que la modélisation problématique (modèle représentatif sous forme d'un cercle, d'une ellipse…). Pour cette raison, différents modèles ont été créés pour le calcul de la section. Par ailleurs, un autre critère appelé facteur de forme est introduit afin de mieux caractériser et classer les fibres végétales. Le facteur de forme représente la longueur de la fibre rapportée à son diamètre ce qui permet de connaître la surface de contact entre la fibre et la matrice et par conséquent l'adhésion entre ces deux paramètres [37]. Plusieurs études ont été réalisées afin de relier les paramètres longueur et facteur de forme aux performances mécaniques des fibres. Notamment, l'étude présentée par K. Charlet [38] démontre l'influence de la localisation des fibres sur leur diamètre et leurs propriétés mécaniques. En effet, trois régions (haut, milieu, bas) ont été définies sur une étoupe de fibre de lin comme indiqué sur la **Figure 1-7**. Les résultats obtenus montrent que la distribution du diamètre de la fibre est différente d'une zone à une autre avec une diminution du diamètre à partir du bas jusqu'au sommet de la tige. L'étude de l'influence du diamètre de la fibre sur les propriétés mécaniques montre que le module de Young tend à diminuer avec le diamètre, comme observé sur la **Figure 1-8**. Ainsi, les fibres de la région du « bas » possèdent des propriétés mécaniques plus faibles contrairement aux fibres du « milieu » qui présentent les meilleurs résultats.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

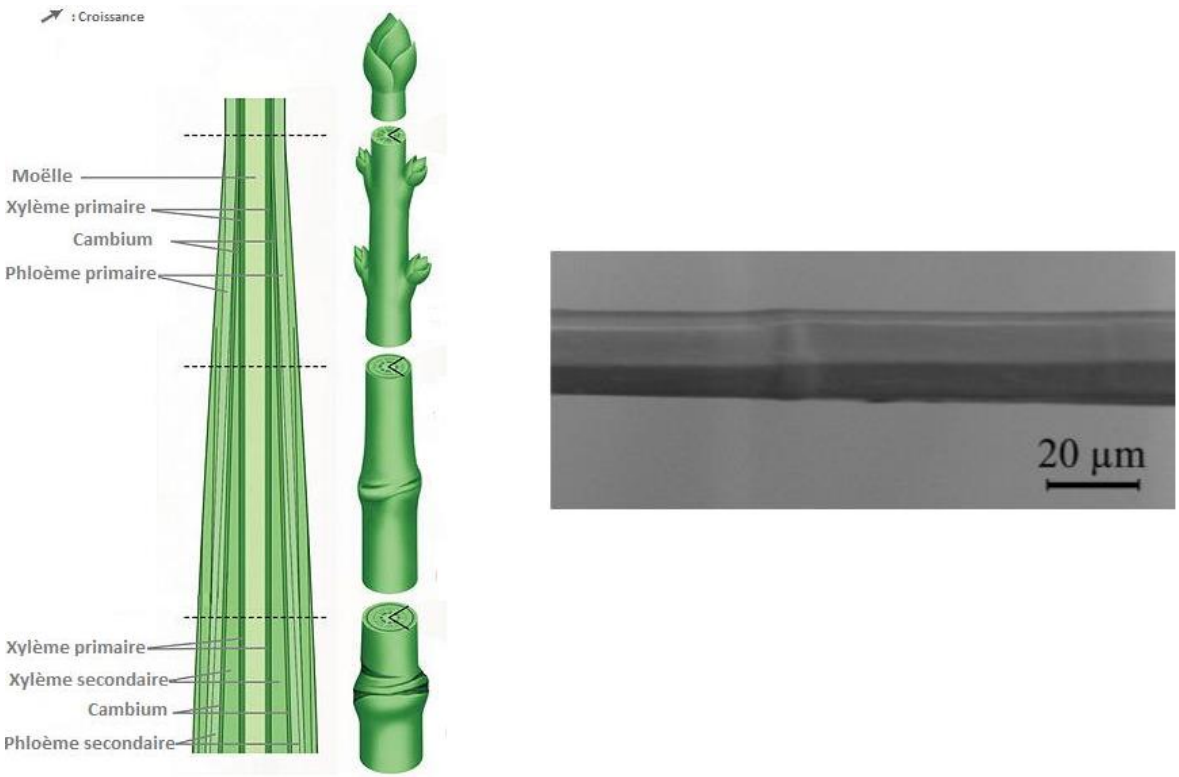


Figure 1-6: Morphologie du lin
A gauche. Exemple de coupe d'une cime [39], *A droite.* Image MEB d'une fibre de lin [38]

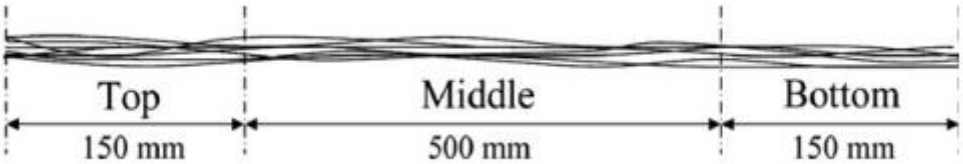


Figure 1-7: Localisation des fibres pour une étoupe orientée (exemple de fibres Hermès 2002 de longueur 800 mm) [38]

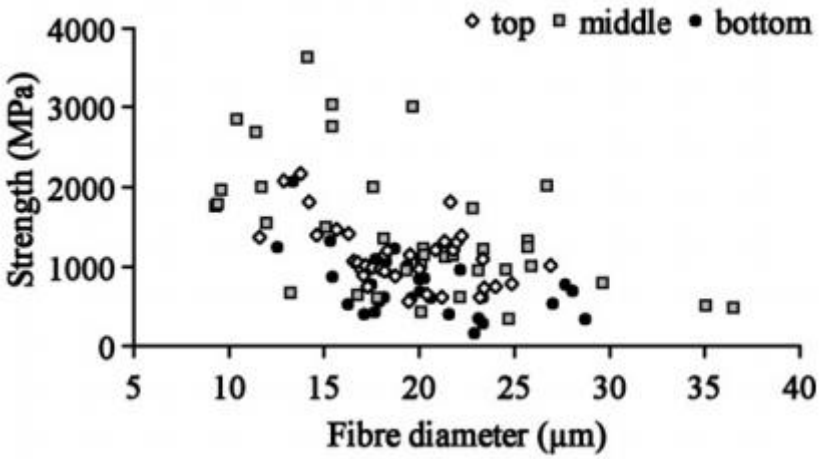


Figure 1-8: Evolution du module de Young de fibres élémentaires de lin selon leur diamètre et leur localisation sur la tige [38]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- Performances mécaniques

Les fibres de lin ont des propriétés mécaniques très intéressantes. Avec un module de traction E variant en moyenne entre 30 et 110 GPa et une densité moyenne de 1,4-1,5 g.cm^{-3}, le module spécifique (E/d) varie généralement entre 20 et 74 alors qu'avec les fibres de verre, il est égal à 29. Grâce à leur densité faible, leurs performances spécifiques sont compétitives aux celles des fibres de verre [33]. Néanmoins, la microstructure de la fibre cellulosique est très complexe ce qui rend difficile l'interprétation de la réponse mécanique des fibres, par exemple en traction. En effet, C. Baley [2,40] a montré que les fibres de lin ont un comportement élastique avec des zones plus au moins linéaires. La **Figure 1-9** représente la réponse mécanique d'une fibre de lin suite à une sollicitation en traction. Le comportement le plus souvent identifié dans la littérature est divisé en deux régions : une première partie non linéaire en pied de courbe suivie par une inflexion où le module tangent à la courbe est en augmentation jusqu'à rupture. La rigidification est attribuée à un changement d'angle microfibrillaire (**Figure 1-5**), qui diminue au fur et à mesure du chargement. La présence de composantes cristallines et amorphes dans cette même fibre unitaire peut conduire à cette déformation élasto-visco-plastique observée [2,30-34,36,38].

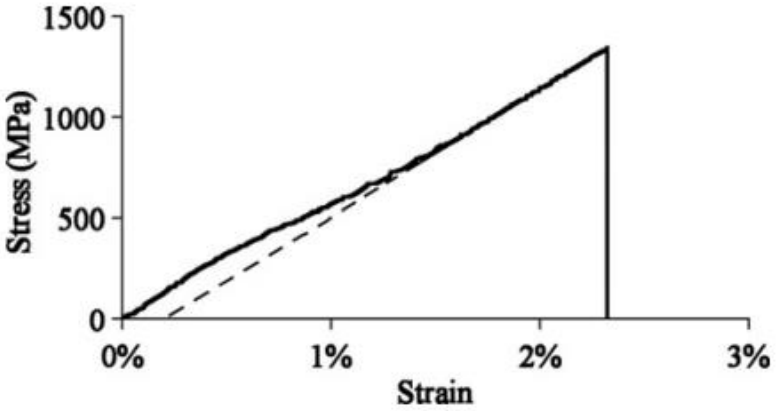


Figure 1-9: Exemple d'une courbe de contrainte en fonction de la déformation lors d'un essai de traction d'une fibre de lin [38]

Les propriétés de quelques fibres végétales ainsi que celles des fibres de verre sont présentées dans le **Tableau 1-1**. Etant donné que les fibres jouent le rôle de renfort dans le matériau composite, leurs performances mécaniques sont très importantes.

Tableau 1-1. Propriétés des fibres végétales et synthétiques [6,7,36]

Propriétés	Résistance à la rupture (MPa)	Module élastique (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Masse volumique (g/cm^3)
Lin	343 - 2000	30 - 110	1,2 – 3,2	1,4 – 1,5
Chanvre	270 - 1100	3 - 90	1,0 – 7,0	1,4 – 1,5
Sisal	350 - 855	9 - 38	2,0 – 7,0	1,3 – 1,5
Fibre de verre E-Glass	2000 -3500	70-74	2,5	2,4 – 2,6

Toutefois, la présence des irrégularités dans les propriétés mécaniques constitue un obstacle majeur à l'utilisation des fibres végétales à l'échelle industriel. En effet, il existe

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

une variation dimensionnelle et géométrique importante le long de la fibre ou du faisceau [11], par ailleurs la fibre subit plusieurs transformations entre l'état initial (fibres extraites des plantes), l'état intermédiaire (préforme sec) et enfin l'état final (composite). C'est pourquoi la variabilité est constatée à différents échelles d'où l'importance d'identifier les paramètres les caractérisant sur une plage assez large.

- Influence des conditions hygrométriques sur les propriétés mécaniques

Un autre paramètre à prendre en compte est l'influence des conditions hygrométriques. En effet, pour les fibres de lin, la variation des propriétés mécaniques est liée à l'architecture de la matrice polysaccharide. Les polysaccharides sont des polymères avec des nombreux sites potentiels de liaison avec l'eau d'où le fort caractère hydrophile des fibres végétales [41]. Donc, la quantité d'eau absorbé par la fibre de lin influence fortement les performances mécaniques des fibres et du composite formé à partir de ces fibres. Par conséquent, le degré d'hydratation a un grand impact sur les performances des parois : avec la présence d'eau lors de l'extrusion le facteur de forme augmente alors que la longueur de la fibre est préservée. L'étude réalisée par Baley et al. [42] montre que le séchage des fibres de lin à 105°C pendant 14 heures provoque une perte considérable des propriétés mécaniques atteignant en moyenne -44% de contrainte et -39% de déformation à la rupture.

A l'échelle composite, ce caractère hydrophile constitue un désavantage étant donné que la plupart des polymères utilisés sont hydrophobes, combinés avec les fibres végétales qui sont fortement hydrophiles, on obtient une faible compatibilité des fibres dans la matrice ainsi qu'un risque de porosité plus élevé [4,5,43,44]. Ce caractère hydrophile peut aussi causer des problèmes de contrôle des conditions de stockage (humidité, vieillissement, température …) ainsi que la dégradation des propriétés mécaniques lors de la fabrication de composite à très hautes températures.

1.1.3 Préparation des fibres de lin

Les graines de lin sont semées entre le mois de mars et avril et arrivent à maturité après 100 jours. La floraison des plantes se fait mi-juin et l'arrachage mi-Juillet. On a recours à l'arrachage du lin afin de récupérer le maximum de longueur de fibres de lin possible. Après l'arrachage, les tiges sont laissées dans les champs pour sécher avant le rouissage (**Figure 1-10**). Le rouissage est une étape pour éliminer les écorces et séparer les pailles de la fibre afin de faciliter la décortication par la suite. Il est réalisé généralement au sol, directement après l'arrachage sur le champ. Il est fait sur plusieurs cycles répétitifs par l'alternance de soleil et de pluie. Durant le rouissage, des champignons viennent envahir les tiges de lin posées au sol sous l'influence de l'humidité et de la chaleur. Ces champignons libèrent des enzymes responsables de la décomposition des pectines en surface ce qui facilite la séparation de l'écorce filamentaire et de la tige et aide l'extraction en abîmant les lamelles mitoyennes [45,46]. La durée de cette phase peut être de trois semaines à six semaines selon la quantité de paille et les conditions climatiques. Les changements opérés sur les fibres durant le cycle du rouissage sont nettement perceptibles surtout par des changements de coloration et de finesse observés sur la **Figure 1-11**. Le contrôle qualité des fibres est fait quotidiennement afin de déterminer la durée optimale de rouissage. Pendant toute cette période, les conditions climatiques ainsi que le savoir-faire de l'agriculteur sont importants pour avoir une bonne qualité de la fibre. Par conséquent, la qualité de la fibre change d'une année à l'autre ce qui rend la traçabilité nécessaire tout particulièrement pour les applications composites. Pour cette raison, la maitrise de cette opération est primordiale pour garantir une meilleure qualité de fibre comme démontré

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

dans l'étude de l'effet du degré de rouissage des fibres de lin sur les propriétés des fibres et du composite de Martin et al. [47].

Ensuite, l'extraction des fibres de lin de la tige est faite par une séparation mécanique appelée teillage. Cette opération consiste à extraire par broyage ou battage les morceaux de bois et des graines à l'intérieur des tiges des fibres de lin. En outre, de grands peignes viennent séparer le lot de fibres en un lin teillé appellé aussi filasse. Il est constitué de fibres longues et de fibres courtes appelées aussi étoupes.

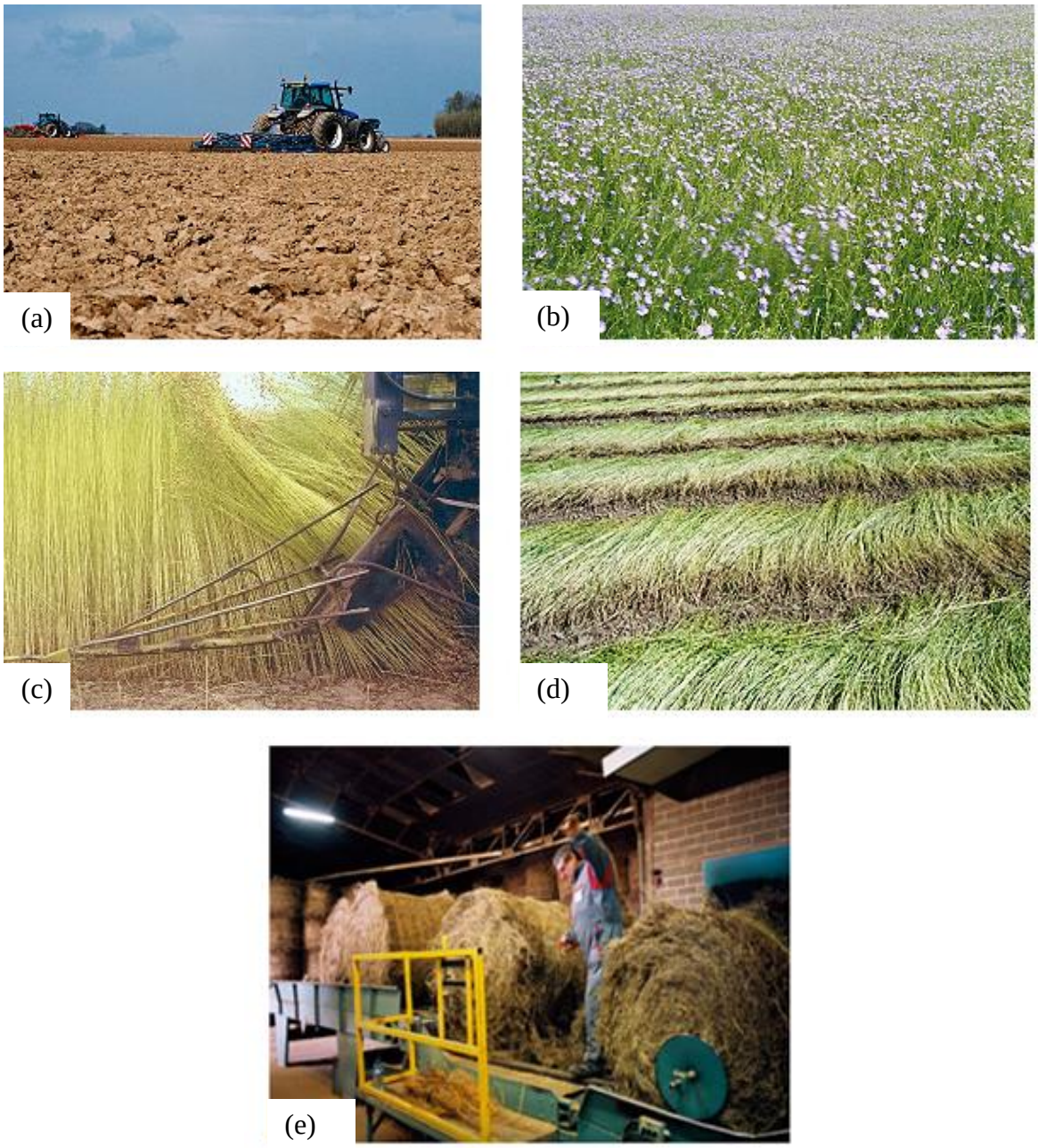


Figure 1-10: Culture du lin [16]
(a) Semis du lin, (b) Floraison du lin, (c) Arrachage, (d) Rouissage, (e) Teillage

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Figure 1-11: Image prise des fibres de lin à différents stades du rouissage. Des fibres *à gauche* sans rouissage aux fibres à la fin du rouissage *à droite* [47]

1.1.4 Verrous liés à l'utilisation des fibres naturelles

L'utilisation des fibres naturelles pour des applications composites nécessite une meilleure compréhension des problématiques et verrous liés à leur utilisation [48].

- Le manque d'informations entre les différents secteurs industriels et agriculteurs

La traçabilité de la chaine de production des fibres de lin est primordiale. Pour cette raison le manque d'informations et de normalisation entre les différents acteurs de la filière est l'un des problèmes majeurs. Pour connaître le comportement des fibres végétales, plusieurs informations sont requises telles que la variété des graines, le champ de culture, l'année de production, et les traitements utilisés. Suivant la variabilité de ces paramètres, la qualité de la fibre varie ainsi que son prix ce qui complique son expansion dans l'industrie à forte production. Ainsi, le comité CELC essaye de rassembler tous les acteurs du marché au sein de mêmes projets de recherche, réglementations et techniques de caractérisation. Il propose différentes fiches techniques des fibres et renforts (tissu, non tissé, unidirectionnels…) afin de pouvoir rassembler les informations nécessaires. Suivant ce même mécanisme, le projet SINFONI a été monté afin de gérer la qualité et l'approvisionnement des fibres végétales ainsi que la structuration des filières au sein de tous les fournisseurs, les industriels et les académiques [21].

- Variabilité des paramètres

Le caractère naturel de la fibre lui confère une variabilité des propriétés comme la forme, la longueur et la composition de la fibre. Cette variabilité est relative à plusieurs facteurs dont la variété utilisée lors de la culture, l'origine de la fibre, l'âge et les techniques d'extraction et de séparation, la qualité du sol, la localisation du champ de culture, le climat et la période de récolte. Pour cette raison, les étapes de fabrication des matériaux biosourcés sont susceptibles de subir plus de variations que celle des fibres synthétiques [7,49]. La variabilité constitue l'obstacle majeur à l'utilisation des fibres naturelles comme fibres techniques surtout qu'on a besoin, industriellement, d'une bonne reproductibilité des matériaux (fatigue, dégradation, ténacité). Dans le composite, la non uniformité de la longueur et de la forme des fibres dans le renfort accentue cette dispersion. A l'échelle fibre, les industriels ont un savoir-faire et une expérience technique leur permettant de

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

prendre des mesures afin de réduire cette variabilité [7]. Des solutions telles qu'opter pour des fibres plus longues et un alignement sur une direction peuvent diminuer le défaut dû à la variabilité des fibres et en même temps obtenir de meilleures fractions volumiques de fibres. De plus, cette variabilité diminue souvent en passant de l'échelle fibre à l'échelle composite.

- Fonctionnalisation et traitements des fibres végétales

Les fibres de lin subissent différents traitements pour aider l'extraction et la séparation en des fibres élémentaires. Il existe différents traitements possibles (chimiques, physiques, mécaniques et thermiques) nécessaires à l'optimisation des fibres. Ces fonctionnalisations peuvent avoir divers rôles tels que : homogénéiser les lots en individualisant les faisceaux, modifier la mouillabilité des fibres, modifier le caractère hydrophile, changer la couleur, augmenter la tenue au feu… [21,50]. En outre, différents traitements chimiques, tels que les traitements alcalins et en silane, ont été développés afin d'augmenter la compatibilité entre la fibre et la matrice en améliorant leur adhésion [51]. Ces différents apprêts peuvent intervenir lors du teillage, peignage et même après la filature et le tissage. Par contre, ces traitements physiques et chimiques altèrent les propriétés de la fibre, pour cette raison il est nécessaire de les connaître et de les maitriser [4].

- Une valorisation multi-échelle : préforme sèche

Ce verrou porte sur le manque d'un suivi de la qualité à l'échelle des préformes sèches. Dans le domaine des composites, le renforcement en fibres de lin existe sous plusieurs formes : fibres courtes, tissus équilibrés et non équilibrés, unidirectionnel, Non Crimp Fabric (NCF), non tissé ... Comprendre et analyser ces différentes formes est nécessaire afin de comprendre l'origine du comportement des matériaux et le choix de l'application adéquate. Par conséquent, le choix de la préforme est essentiel afin de répondre aux attentes du cahier des charges et sans tomber dans la sur-qualité et le surcoût. Les fibres de lin et de verre sont comparables en termes de propriétés mécaniques spécifiques. Mais, une dispersion considérable est remarquée entre les propriétés mécaniques des fibres et les composites élaborés à partir de ces dernières. Ce phénomène peut être expliqué par une fraction volumique basse des fibres dans le composite ainsi qu'une perte d'alignement lors de l'élaboration causée par la torsion et la nature des fils insérés dans les tissus. Pour cette raison, le suivi qualité matière multi-échelle paraît important voir essentiel pour garantir la qualité du produit final.

- Vieillissement et durabilité des matériaux biosourcés

Le caractère naturel des fibres végétales rend l'étude de la durabilité et le vieillissement des matériaux à base de fibres naturelles crucial. En effet, les renforts en fibres de lin risquent de se dégrader plus rapidement que ceux en fibres synthétiques étant donné que la dégradation peut être au niveau des fibres mais aussi de l'interface fibre/matrice. Le vieillissement du matériau peut être causé par l'environnement ou l'exposition continue à des sollicitations mécaniques agressives. Il détériore, à long terme et d'une manière irréversible, les performances mécaniques du composite ce qui provoque la diminution de la durée de vie du composant. Pour cette raison, l'humidité peut dégrader à long terme les propriétés des fibres naturelles et de cette interface et ainsi altérer sa durabilité. Or pour des applications techniques les performances mécaniques doivent être assurées pendant une durée de vie bien déterminée. Pour cette raison, différents laboratoires ont recours à des mécanismes de vieillissement accéléré par voies physiques ou chimiques afin de connaître la durabilité des composites biosourcés [37,52,53]. Duigou et al. [54] ont traité ce sujet en examinant la dégradation de l'interface fibre de lin/époxy grâce à des cycles de vieillissement par microgouttelettes d'eau. Durant le vieillissement, une réduction de la

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

force de cisaillement est visible mais ces altérations paraissent réversibles à court terme. A long terme, une dégradation permanente est observée par la dissolution des composantes des fibres de lin ainsi que l'apparition d'écailles sur la fibre. Néanmoins, l'adhésion entre le lin et l'époxy n'est pas totalement dégradée.

Cela reste un sujet à explorer étant donné que le développement des composites à base de fibres végétales est assez récent et qu'il existe peu de matériaux de référence.

1.2 Conclusions

L'importance du nombre de publications et de travaux de recherche sur les fibres naturelles montre le grand intérêt porté pour les matériaux biosourcés. Les fibres végétales offrent une bonne alternative avec une faible empreinte carbone et des propriétés physiques et mécaniques intéressantes et répondant aux attentes des industriels en termes de performance et coût. Ce premier chapitre a permis de présenter le potentiel des fibres de lin utilisées dans les matériaux composites. Les fibres de lin sont fortement présentes sur le marché avec des caractéristiques techniques proches de celles du verre. Elles sont intégrées dans le domaine de la construction et dans des composites. Elles apportent une valeur ajoutée avec une faible densité donc à résistance égale, les matériaux sont plus légers et éco-responsables. En plus, le lin a une excellente absorption des vibrations au choc ce qui explique sa présence dans le sport et loisirs...

En dépit de ces avantages, il reste des faiblesses majeures qui freinent l'utilisation du lin au niveau industriel. Les fibres de lin possèdent des caractéristiques très variables : les propriétés et la qualité des fibres dépendent de divers paramètres tels que l'origine de la fibre, l'âge et les techniques d'extraction et de séparation. Pour contrôler cette variabilité, une bonne traçabilité de la matière ainsi qu'une fonctionnalisation des fibres par des traitements sont nécessaires. Aussi, il existe une incompatibilité chimique entre les fibres naturelles et la résine qui peut affaiblir l'interface résine-renfort fibreux (plusieurs traitements peuvent être réalisés afin de diminuer ce problème d'incompatibilité). De plus, l'environnement et les sollicitations continues contribuent à la fragilisation de la fibre et l'interface fibre/matrice et la dégradation d'une façon permanente le composite biosourcés. Enfin, à cause de la variabilité de la fibre et l'existence de différentes géométries de renforts, un suivi multi-échelle paraît nécessaire pour garantir la qualité des semi-produits et des produits.

Nos travaux portent surtout sur cette dernière problématique de valorisation multi-échelle afin d'optimiser les préformes. Notre objectif est de connaître l'impact de chaque procédé tels que la filature, le tissage, l'ennoblissement sur les propriétés mécaniques des matériaux afin de maîtriser la variabilité et valoriser l'usage de chaque type de renfort.

Références

[1] L. Yan, P.N. Chouw, K. Jayaraman. « Flax fibre ant its composites – A review». Composites Part B, Vol.56, pp.296-317, 2014.

[2] C. Baley. « Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase ». Composites Part A, Vol.33, pp.939-948, 2002

[3] J. Moothoo et al. « A study of the tensile behaviour of flax tows and their potential for composite processing ». Materials and Design, Vol.55, pp.764-772, 2014

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[4] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest. « Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics ?». Composites Science and Technology, Vol.63, pp.1259-1264, 2003.

[5] A. Célino, S. Fréour, F. Jacquemin, P. Casari. « The hygroscopic behaviour of plant fibers: a review». Frontiers in Chemistry/Polymer Chemistry, Vol. 1, January 2014.

[6] D. U. Shah, P.J. Schubel, Mi ke J. Clifford. « Can flax replace E-glass in structural composites? A small wind turbine blade case study». Composites Part B, Vol.52, pp.172-181, 2013.

[7] L. Pil, F. Bensadoun, J. Pariset, I. Verpoest. «Why are designers fascinated by flax and hemp fibre composites ?». Composites Part A, Vol.83, pp.193-205, 2016

[8] A.S. Virk, W. Hall, J. Summerscales. «Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composite». Composites Science and Technology, Vol.70, pp.995-999, 2010

[9] Accueil. (FIMALIN). https://www.fimalin.com/fr/lin_accueil

[10] FRD. https://www.f-r-d.fr/

[11] D. U. Shah. « Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review». Journal of Materials Science, Vol.48, pp.6083–6107, 2013.

[12] G. Kornis, A. Silva, M. Fontul. « Green composites: A review of adequate materials for automotive applications». Composites Part B, Vol.44, pp.120–127, 2013

[13] Lin. (Coop De France). http://www.coopdefrance.coop/fr/41/lin/

[14] Seine-Maritime-Expansion. La Filière Industrielle du Lin en Seine-Maritime. Avril 2015 : http://www.sme76.fr/Upload/medias/etudelin.pdf

[15] LE BAROMÈTRE DU LIN EUROPÉEN 2015. Enquête réalisé par CELC, BVA et Deloitte. http://www2.deloitte.com/content/dam/Deloitte/fr/Documents/sustainability-services/deloitte_barometre-lin-europeen_2015.pdf

[16] CELC. www.mastersoflinen.com

[17] Cliaa. http://www.cliaa.com/index.php

[18] A. Le Duigou, P. Davies, C. Baley. «Environmental impact analysis of theproduction of flax fibres to be used as composite material reinforcement». Journal Biobased Materials Bioenergy, Vol.5(1), pp.153-165, 2011

[19] N. Renouard, J. Mérotte, A. Kervoëlen, K. Behlouli, C. Baley, A. Bourmaud. «Exploring two innovative recycling ways for poly-(propylene)-flax non wovens wastes». Polymer Degradation and Stability, Vol.142, pp.89-101, 2017

[20] A. Bourmaud, C. Baley. «Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling». Polymer Degradation Stability, Vol.94(3), pp.297-305, 2009

[21] IAR le pôle de la bioéconomie. « Intégrez des produits biosourcés dans vos composites». Edition 2017

[22] F.P. La Mantia, M. Morreale. « Green composites: A brief Review ». Composites Part A, Vol.42, pp.579-588, 2011.

[23] 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, Vol.56, pp.280–289, 2014

© 2017 Tous droits réservés.

[24] M.F. Ashby. « Materials Selection in Mechanical Design». Butterworth Heinemann, 1999

[25] The Cambridge Material Selector (CES) software - Granta Design, Cambridge. www.grantadesign.com

[26] D.U. Shah. « Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts». Materials and Design, Vol.62, pp.21–31, 2014.

[27] D.B. Dittenber, Hota V.S GangaRao. « Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure». Composites Part A, Vol.43, pp.1419– 1429, 2012.

[28] Secteurs d'application. CELC. http://www.mastersoflinen.com/fre/technique/19-secteurs-d-application

[29] M. Faris, AL-Oqla, S.M. Sapuan. «Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry». Journal of Cleaner Production, Vol.66, pp.347-354, 2014.

[30] A. Lefeuvre, A. Bourmaud. C. Morvan, C. Baley. « Elementary flax fibre tensile properties: Correlation between stress-strain behavior and fibre composition ». Industrial Crops and Products, Vol.52, pp.762–769, 2014

[31] A. Bourmaud. C. Morvan, C. Baley. « Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber». Industrial Crops and Products, Vol.32, pp.662–667, 2010

[32] A. Lefeuvre, A. Bourmaud. C. Morvan, C. Baley. « Tensile properties of elementary fibres of flax and glass: Analysis of reproducibility and scattering». Materials Letters, Vol.130, pp.289–291, 2014

[33] C. Baley, A. Bourmaud. « Average tensile properties of French elementary flax fibers». Materials Letters, Vol.122, pp.159–161, 2014

[34] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, L. Lebrun, C. Morvan, C. Baley, « A study of the yearly reproducibility of flax fiber tensile properties». Industrial Crops and Products, Vol.50, pp. 400– 407, 2013

[35] J. Biagiotti, D. Puglia,, J.M. Kenny. « A review on natural fibre-based composites-part I: Structure, processing and properties of vegetable fibres». Journal of Natural Fibers, vol.1(2), pp. 37-68, 2004

[36] C. Baley. « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites ». Techniques de l'ingénieur, 2005.

[37] A. Roudier. «Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin». Thèse, Université BLAISE PASCAL - Clermont II, 2012.

[38] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J.P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard. «Characteristics of Harmès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites». Composites Part A, Vol.38, pp.1912-1921, 2007

[39] Illustration Wikipedia. commons.wikimedia.org/wiki/File: Stem-cross-section

[40] K. Charlet, S. Eve, J.P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard. «Tensile deformation of a flax fiber». Procedia Engineering, Vol.1, pp.233-236, 2009

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[41] F. Berzin, B. Vergnes, J. Beaugrand. « Evolution of lignocellulosic fibre lengths along the screw profile during twin screw compounding with polycaprolactone». Composites Part A, Vol.59, pp.30– 36, 2014.

[42] C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud, P. Davies. «Influence of drying on the mechanical behavior of flax fibres and their unidirectional composites». Composites Part A, Vol.43, pp.1226-1233, 2012

[43] I. Racz, H. Hargitai. «Influence of water on properties of cellulosic fibre reinforced polypropylene composites». International Journal of Polymeric Materials, Vol.47, pp.667–74, 2000.

[44] S. Luo, A. Netravali. «Mechanical and thermal properties of environment-friendly ''green'' composites made from pineapple leaf fibres and poly(hydroxybutyrate-co-valerate) resin». Polymer Composites, Vol.3, pp.367–78, 1999.

[45] W.J.M Meijer, N. Vertregt, B. Rutgers, M. Van de Waart. «The pectin content as a measure of the retting and rettability of flax». Industrial Crops and Products, Vol.4, pp.27-284, 1995

[46] A.E. Brown, H.S.S Sharma. «Production of polysaccharide-degrading enzymes by saprophytic fungi from glyphosate-treated flax and their involvement in retting». Annals of Applied Biology, Vol.105, pp.343-351, 1984

[47] N. Martin, N. Mouret, P. Davies, C. Baley. «Influence of the degree of retting of flax fibers on the tensile properties of ingle fibers and short fiber/polypropylene composites». Industrial Crops and Products, Vol.49, pp.755-767, 2013

[48] C. Baley. «Verrous à dépasser pour optimiser les performances et développer les applications des bio-composites». Colloque national MECAMAT, Aussois, 2014

[49] M.J. John, R. D. Anandjiwala. «Recent developments in Chemical Modification and Characterization of natural Fiber-Reinforced». Polymer Composites, Vol.29(2), pp.187-207, 2008

[50] R. Joffe, J. Andersons,L. Wallstrom. «Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments». Composites Part A, Vol.34, pp.603–612, 2003.

[51] A.K. Bledzki, H.P Fink, K. Specht. « Unidirectional hemp and flax EP- and- PP-composites: influence of defined fiber treatments». Journal of Applied Polymer, Vol.93, pp.2150-2156, 2004

[52] A. Le Duigou, P. Davies, C. Baley. «Seawater aging of Flax/PLLA biocomposites». Polymer Degradation and Stability, Vol.94, pp.1151-1162, 2009

[53] M.S. Islam, K.L. Pickering, N.J. Foreman. «Influence of accelerated ageing on the physico-mechanical properties of alkali-treated industrial hemp fibre reinforced poly(lactic acid) (PLA) composites». Polymer Degradation and Stability, Vol.95, pp.59-65, 2010

[54] A. Le Duigou, P. Davies, C. Baley. «Exploring durability of interfaces in flax fibre/epoxy micro-composites». Composites Part A, Vol.48, pp.121-128, 2013

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

2 CARACTERISATION A L'ECHELLE FIL / MECHE

2.1 Fil / Mèche

Dans un premier temps, ce chapitre s'intéressera aux différents procédés permettant d'obtenir, à partir du lin brut, des fils ou mèches à usage technique. Ensuite, une analyse et une comparaison des différents types de fils seront établies. Enfin, en utilisant des tissus avec différents traitements et des quasi-UD, la dernière partie portera sur l'étude de l'influence du tissage sur les propriétés mécaniques des fils.

2.1.1 Le fil en fibres naturelles et pour des applications techniques

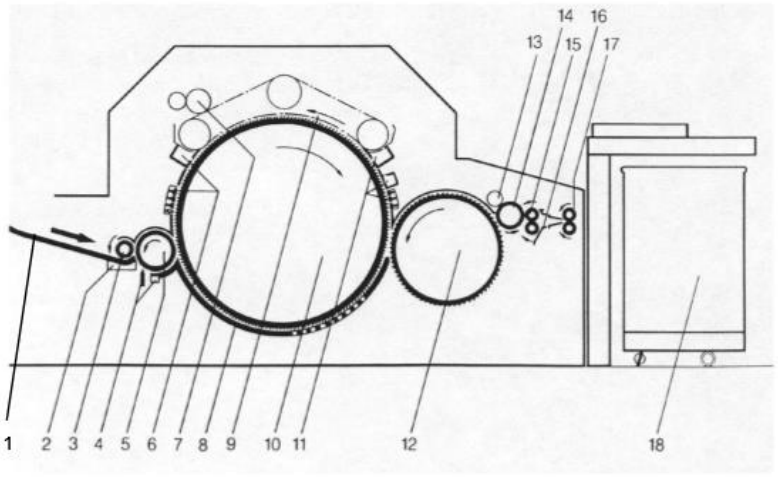
Différentes étapes sont effectuées après la récolte des fibres de lin afin d'avoir des fibres longues ou courtes [1-4]. La fibre de lin est une fibre naturelle extraite des tiges donc elle a une longueur finie moyenne entre 4-80 mm. Au sens de l'industrie textile, la fibre de lin est considérée comme une fibre longue, étant donné qu'elle dépasse 60 mm [5-7]. Suite aux différentes phases de préparation des fibres telles que le rouissage et le teillage, abordées dans le chapitre 1, pour obtenir le fil ou mèche, la filature proprement dite est décomposée en trois étapes : affinage, torsion et bobinage. Ces étapes sont réalisées à travers le cardage, le peignage et les finisseurs selon la nature de la fibre et les caractéristiques demandées [8].

- *Cardage*

Le cardage, après l'étape de teillage, permet d'obtenir le premier sous-produit de la chaine de filature. Elle est utilisée surtout pour les matières naturelles comme le coton et la laine où les fibres en entrée sont sous forme de bourre. Le principe de la carde est présenté sur la **Figure 2-1**, elle est constituée de cylindres garnis d'aiguilles qui permettent d'individualiser les paquets de fibres présents dans la bourre et de les paralléliser. De plus, la carde possède d'autres fonctions telles que le nettoyage et l'ouvraison de la matière, le contrôle de l'orientation des fibres en constituant un ruban linéique et l'élimination de certaines impuretés. Cette individualisation des fibres est une étape très importante en

© 2017 Tous droits réservés. lilliad.univ-lille.fr

filature, par contre la séparation est assez agressive. Par conséquent, les fibres de lin peuvent être dégradées et présenter une diminution de la résistance.



1.Système d'alimentation
2.Tablier d'alimentation
3.Cylindre d'alimentation
4.Couteau séparateur
5.Briseur
6.Segment de pré-cardage
7.Dispositif de nettoyage
8.Recouvrement du tambour
9.Chapeaux mobiles
10. Tambour
11. 2 Hottes d'aspiration
12. Peigneur
13. Rouleau à brosse
14. Rouleau détacheur
15. Rouleaux écraseurs
16. Dispositif de formation du ruban
17. Rouleaux calandreurs
18. Empoteur

Figure 2-1: Principe d'une carde [9]

- *Peignage*

Le peignage est la dernière étape de préparation avant la filature. Les fibres sont passées dans un peigne pour les parraléliser et éliminer les fibres courtes, qui pourraient être néfastes aux propriétés mécaniques. Pour notre matière constituée de fibres longues, les fibres sont passées directement en peignage. Le lin teillé est peigné avec des peignes de plus en plus fins afin d'enlever les impuretés (pailles et petits fragments de fibres) restantes et séparer les faisceaux de fibres. A la sortie de la peigneuse, un ruban souple continu avec des faisceaux de fibres parallèles et alignées est obtenu. Durant cette étape, l'orientation des fibres de lin reste inchangée.

- *Etirage*

Après le peignage, les rubans sont assemblés pour une meilleure homogéniété puis étirés pour obtenir en sortie un ruban régulier, parallélisé et de titre défini préalablement.

- *Filature*

Le ruban en sortie d'étirage est ensuite affiné et légèrement tordu pour obtenir une mèche, étape intermédiaire avant l'obtention du fil (**Figure 2-2**). Il existe deux types de filature possibles pour les fils de lin :

- Filature au mouillé : utilisée surtout pour les fibres longues peignées. Elle consiste à tremper les fibres dans l'eau à une température entre 60-70°C pour avoir des fibres plus flexibles. Après, elles sont tordues et étirées à l'aide d'un Continu A Filer (CAF) jusqu'à avoir un fil plus fin. Ce procédé est fréquent pour les produits textiles en habillement.
- Filature au sec: les fibres sont peignées et étirées à sec. A la sortie, le fil est plus épais en comparaison à la filature mouillée, et il est utilisé surtout pour des applications techniques.

L'étape de filature peut être introduite à la fin de la chaîne afin de rajouter une torsion supplémentaire au paquet de fibres. Dans le cas des fibres de verre, les rovings sont

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

constitués de faisceaux plats et bien parallèles, mais pour les fibres de lin, une certaine torsion est nécessaire. Le principe de la torsion consiste à tourner le fil autour de son axe en maintenant fixe une extrémité et à retordre l'autre dans le sens des aiguilles d'une montre ou à l'inverse (S ou Z), comme présenté sur la **Figure 2-3**. En effet, étant discontinues, les fibres naturelles ont besoin d'une cohésion assurée par la torsion afin de pouvoir tisser, tricoter ou tresser la préforme tout en maintenant les propriétés mécaniques. Cette dernière opération modifie, par conséquent, les performances du fil.

Figure 2-2: Etape de la filature du lin : *A gauche.* Peignage (à gauche). *A droite.* Filature sur Continu A Filer [9]

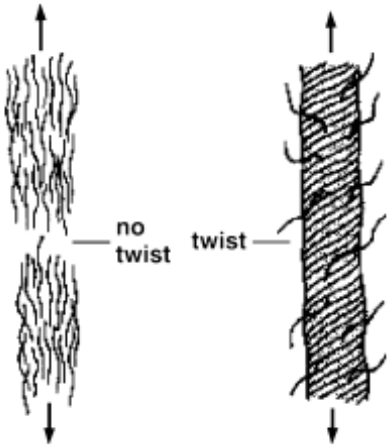


Figure 2-3: Présentation de fil torsadé et non torsadé (ou tordu et non-retordu)

2.1.2 Gamme de fils utilisée

Entre le lin brut et le lin tissé, plusieurs changements sont amenés sur les fibres et les fils. La première étape fondamentale dans la fabrication de tissus est la filature. Des procédés, comme la filature, apportent des changements permanents sur le fibres. On a besoin alors d'étudier l'influence de ce procédé sur les propriétés mécaniques. Les propriétés structurelles des fils diffèrent selon le type de fibres, de filature et de la torsion utilisée. Dans le cadre de ces travaux de thèse, trois types de fils fournis par la société SAFILIN, sont étudiés (**Tableau 2-1**).

Long brin **Y1**: C'est un fil avec une faible torsion composé essentiellement de fibres longues et peignées

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Etoupe **Y2**: Il est obtenu avec une filature au sec et contient des fibres plus courtes que celles du long brin Y1, même s'il s'agit du même type de fibre. L'étoupe est fortement tordue afin de garder le même titrage utilisé pour Y1. Le fil obtenu avec ce type de filature est plus épais que celui avec la filature au mouillé. Concernant la qualité de la fibre, les fibres étoupes sont plus enchevetrées et contiennent plus de défauts nécessitant ainsi plus de nettoyage et de cardage.Ce type de fibre est surtout utilisé pour leur faible coût mais présente de faibles performances mécaniques. En revanche, N. Martin et al. [2] ont constaté qu'en dépit de la mauvaise qualité des fibres étoupes en lin brut, elles présentent des performances mécaniques semblables à celles du long brin teillé après qu'elles soient alignées et nettoyées.

Roving **Y3**: Les fibres sont assemblées en une bande parallèle maintenue grâce à une faible torsion. Le but est de garder les fibres selon la même orientation, afin d'avoir une meilleure imprégnation [11,12] et des performances mécaniques adaptées aux applications techniques. L'étude des propriétés mécaniques des rovings à l'échelle sec (fil) n'est pas très approfondie dans la littérature puisque, à l'état sec, il y a moins de cohésion entre les fibres, donc le roving ne présente pas une grande résistance en traction.

Les fils ont différentes propriétés structurelles en fonction des méthodes de fabrication et, en outre, la torsion exercée. Une caractérisation expérimentale est nécessaire afin de définir l'impact de ses paramètres sur les propriétés des fils.

2.2 Résultats expérimentaux

La caractérisation expérimentale débute par une caractérisation physique de chaque lot de fil : la densité linéique (appelée titre), la régularité du fil, la détermination de la torsion, suivie par la suite d'une caractérisation mécanique. Les fils sont échantillonnés selon la norme NF EN 12751 [13]. A cause du caractère hydrophile des fibres de lin, les bobines ont été préalablement conditionnées à une température de 20 ± 2°C et une humidité relative HR% de 65 ± 2 % pour une durée dépassant 48 h selon la norme ISO 139 [14].

2.2.1 Titrage : masse linéique

La première caractérisation effectuée est le calcul des valeurs expérimentales du titre. Le fil est caractérisé par une masse linéique appelée titre (unité g/Km noté aussi Tex) et selon la norme française NF EN ISO 2060 [15]. Le titre est obtenu en appliquant l'équation 1:

$$T\ (tex) = 1000\ \times \frac{M\ (g)}{L\ (m)} \qquad \text{(Equation 1)}$$

Avec
T : titre en tex
M : masse du fil en gramme
L : longueur du fil en mètre

Pour évaluer le titre des fils, on prend 5 échantillons d'une longueur de 10 m qui sont ensuite mesurés et pesés. Les résultats sont donnés dans le **Tableau 2-1**. Le titre théorique des trois fils est de 105 tex. Expérimentalement, on trouve un titre moyen de 103 tex pour Y1 et Y2 avec un coefficient de variation (CV%) ne dépassant pas 2%. Pour le roving Y3, la valeur du titre est plus variable avec un CV% de 5,7%.

Notons que la densité linéique peut être également caractérisée par le numéro métrique Nm calculé comme suit :

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

$$Nm = \frac{L\,(m)}{M(g)} \qquad \text{(Equation 2)}$$

Avec
Nm : Numéro métrique
L : longueur du fil en mètre
M : masse du fil en gramme

Tableau 2-1. Caractéristiques des fils

Echantillons	Type	Composition	Sens de torsion	Titre (tex)	Torsion (Tr/m)
Y1-LB9,5	Long brin	100 % lin	Z	103,3 ± 2,0	112 ± 10
Y2-E9,5	Etoupe	100 % lin	Z	103,5 ± 1,8	403 ± 20
Y3-ROV1050	Roving	100 % lin	Z	102,0 ± 5,7	115 ± 9

2.2.2 Torsion

Comme expliqué précédemment, l'application de la torsion est primordiale pour assurer une certaine cohésion des fibres de lin et ainsi pouvoir les intégrer dans un procédé de tissage et éviter la casse et la dégradation suite aux fortes sollicitations exercées durant cette étape. Mais ce facteur a un impact important sur les propriétés mécaniques des fils secs. En effet, la torsion change l'orientation des fibres dans le fil entraînant ainsi un comportement non linéaire en traction.

Il existe plusieurs études qui traitent de la torsion du fil et son influence sur les propriétés mécaniques de l'échelle fil au composite. A l'échelle du fil sec, Goutianos et al. [16] ont montré que des fils de très faible torsion présentent une très faible résistance. L'augmentation de la valeur de la torsion apporte une pression supplémentaire au sein des fibres engendrant une meilleure résistance mécanique et une amélioration des propriétés intrinsèques du fil. A partir d'une large gamme de fils torsadés, ces auteurs ont démontré, à l'échelle composite, qu'un angle élevé de torsion dans le fil (≈ 20°) conduit à une diminution de 20% de la résistance et du module d'un composite UD par rapport à des composites constitués de roving de torsion nulle. En outre, Baets et al. [17] ont observé que la rigidité des rovings, calculée à partir des propriétés du composite, diminue de 32% lorsqu'une torsion de 19° est introduite sur le fil en comparaison avec les rovings sans torsion. Par ailleurs, une torsion trop élévée réduit considérablement la perméabilité du fil conduisant des composites plus faibles mécaniquement et avec des taux de vide élevés. En effet, la torsion crée une désorientation des fibres, ce qui n'est pas souhaitable à l'échelle composite, car la perméabilité du fil diminue rendant ainsi leur imprégnation plus difficile. Ce phénomène fragilise l'interface fibre/matrice, et par conséquent une perte de la résistance mécanique est observée.

Ma et al. [18] ont étudié l'influence de différents taux de torsion (20, 60 et 150 tours.m^{-1}) sur les propriétés mécaniques des fils de sisal non imprégnés. Les résultats montrent que la résistance à la traction augmente proportionnellement à la torsion jusqu'à atteindre un seuil critique, dans ce cas de 90 tours.m^{-1}, à partir de laquelle la résistance est dégradée. La présence de cette valeur critique démontre qu'il est très important de caractériser et de définir les paramètres du fil afin de ne pas respecter le seuil limite respectif de la matière.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Afin d'éviter les contraintes causées par la torsion du fil de renfort avec la filature classique, Zhang et Miao [20] ont produit un fil comélé en lin et polypropylène avec des fibres de lin tenues sans torsion et supportées par un filament de polypropylène qui les entoure. Ils retrouvent des composites possédant de meilleurs résistance et module de flexion que ceux des composites constitués de fils torsadés pouvant atteindre respectivement 145 MPa et 15 GPa pour un fraction volumique de fibres de 31%. Dans sa thèse, F. Bensadoun [21] a traité l'effet de la torsion sur les fils en lin où les résultats à l'échelle composite montrent une différence de la résistance approchant 30% en chaine et 23% en trame entre des tissus avec des fils d'angle de torsion élevé (20°) et des fils d'angle moyen faible (9°). La courbe de la dégradation de la rigidité du fil dans le renfort proportionnellement à l'augmentation de l'angle de torsion est présentée la **Figure 2-4**.

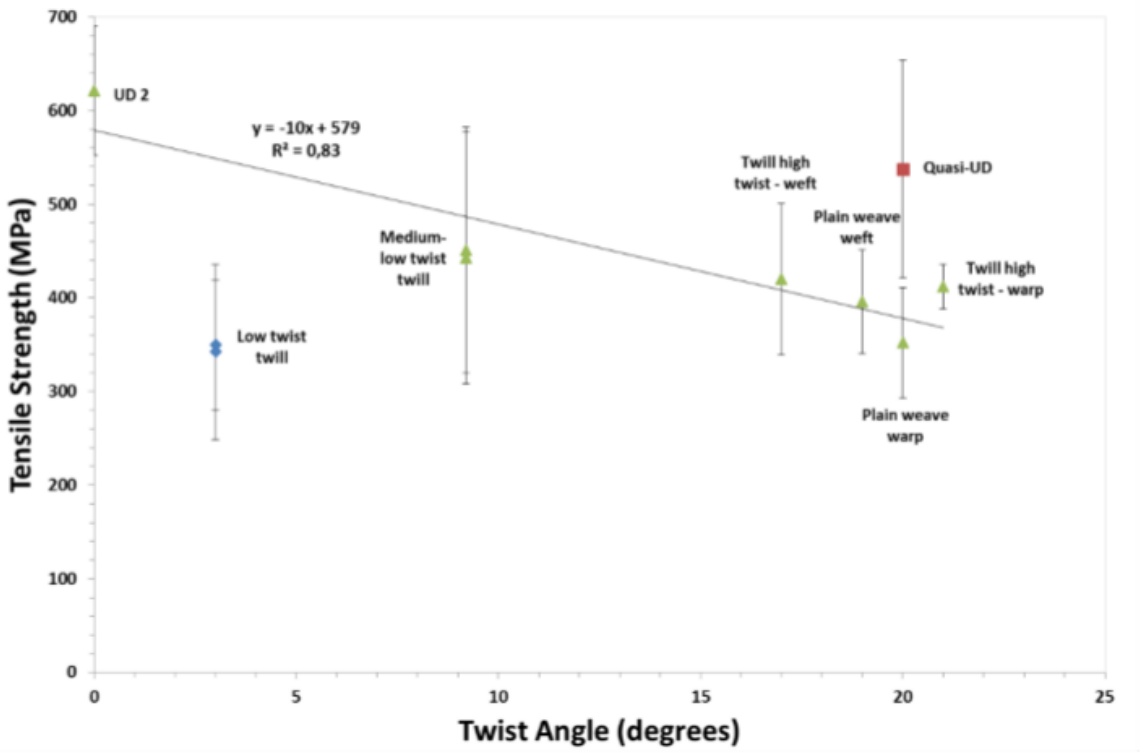


Figure 2-4: Modèle de la corrélation linéaire de la résistance en traction en fonction de l'angle de torsion [21]

Outre ces résultats expérimentaux, Shah et al. [22] ont proposé un modèle mathématique, basé sur la loi des mélanges, capable de prédire l'effet de la torsion du fil sur la résistance du composite à base de fibres végétales alignées. Ils ont ainsi pu introduire la notion de seuil de torsion limite à partir duquel la résistance du fil est dégradée. Ce comportement est modélisé sur la **Figure 2-5** où l'augmentation de la torsion améliore la friction inter-fibre ce qui résulte en de meilleures propriétés mécaniques. Cette augmentation conduit, à partir d'un seuil limite, à la dégradation voire la rupture des fibres ce qui explique la baisse considérable de la résistance du fil.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

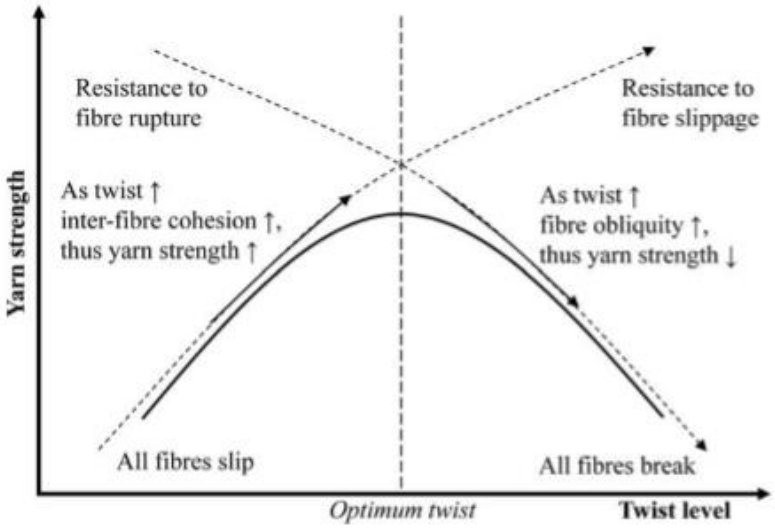


Figure 2-5: Courbe modèle de l'effet de la torsion sur la résistance à la traction et le mécanisme de rupture du fil [22]

Expérimentalement, la torsion d'un fil, en nombre de tours par mètre, est mesurée à l'aide d'un torsiomètre. La torsion est déterminée avec la méthode double contre-épreuve (détorsion-retorsion) où le fil est pincé par un indicateur d'allongement et l'autre bout par une pince rotative. La mesure est faite avec une moyenne de 15 échantillons, une pré-charge de 1 cN/tex et une longueur de 500 mm selon la norme ISO 2061 [23]. Etant donné que le procédé de filature est différent (sec ou humide), l'angle de torsion dans cette gamme de fils peut être modifié entre un angle haut ou bas [16,17,22,24]. Les résultats en torsion sur le **Tableau 2-1** montrent que les deux fils Y1 et Y3 ont une faible torsion alors que l'étoupe Y2 est fortement tordue (403 tours.m^{-1}). Le fil Y2 présente un facteur de torsion très élevé qui peut dépasser ce seuil limite de torsion indiqué dans la littérature. Par conséquent, une caractérisation mécanique est nécessaire afin d'étudier l'influence de ce paramètre.

2.2.3 Régularité

La fabrication des fils ainsi que la nature de la fibre les rend irréguliers. En effet, on retrouve sur la longueur la présence de grosseurs et de finesses. Ces défauts ont un fort impact sur le comportement du fil. La présence de ces défauts favorise la création des zones de fragilité qui peuvent se rompre prématurément [9]. D'où l'importance de la mesure de la régularité. Elle peut être réalisée directement à l'aide d'un Régularimètre qui permet d'étudier la variation de la masse par unité de longueur. Les mesures ici ont été réalisées à l'aide d'un appareil USTER. Il est doté d'un capteur de type capacitif permettant l'évaluation des variations de masse du matériau qui passe en continu à travers les deux plaques de condensateur [25]. Plusieurs tests sont possibles par le biais de cet appareil et plusieurs types de produits peuvent être testés, du ruban cardé au fil peigné. La durée du contrôle est choisie selon le type de matière et les normes. Pour notre matière, le test a été réalisé avec une vitesse de 25 m.min^{-1} pour une durée de 5 min.

- *Irrégularité*

L'irrégularité représente l'inégalité de la distribution des fibres et par conséquent des masses dans le fil. La présence de fibres courtes ainsi que la parallélisation des fibres durant la filature ont un rôle important pour le contrôle de la régularité [26]. Elle est

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

mesurée en irrégularité linéaire notée U% avec un coefficient de variation CV%. La valeur est calculée statistiquement en prenant en compte la variation linéaire de la distribution de la masse.

- *Pilosité*

La pilosité du fil est définie comme la quantité totale de fibres et boucles sortant du fil et qu'on appelle poils. En effet, des fibres, comme observé dans l'exemple de la **Figure 2-6**, s'échappent de la structure fibreuse sous l'effet de la torsion et un désalignement des fibres [27]. Les caractéristiques des fibres, telles que la finesse et la longueur, influencent la pilosité du fil. Ce paramètre peut être contrôlé lors de la filature en jouant sur des réglages tels que le cardage et le peignage des fibres, des prétraitements chimiques, le facteur de torsion et sa tension sur le métier, le taux d'humidité, etc [26,28].

Ce phénomène peut être gênant lors du passage au métier à tisser mais cette pilosité est utile pour des produits qui nécessitent, par exemple, une isolation thermique ou une douceur au toucher. La mesure de la pilosité avec l'USTER, noté H, présente la longueur totale des fibres surfaciques sur une longueur d'un centimètre de fil [9].

Figure 2-6: Image microscopique de la structure d'un fil issu de la filature classique [26]

En plus de ces analyses, des défauts sur le fil tels que les finesses, les grosseurs et les boutons sont étudiés sur une moyenne de 120 m. L'étirage est souvent à l'origine de la présence de ces défauts, surtout au niveau de la machine à filer.

- *Finesse*

La finesse est définie par une section de fil très inférieure à sa section normale. La valeur est conventionnellement définie à -50%.

- *Grosseur*

A l'inverse de la finesse, la grosseur sur un fil est définie par une augmentation de la section normale du fil de 50%.

- *Boutons*

Les boutons, appelés aussi neps, représentent le nombre « grosseurs » dans un fil. Ils sont souvent causés par le cardage et ils s'accentuent avec la finesse de la fibre. La mesure est faite en se basant sur la section normale du fil. Les valeurs de section de fils dépassant 200% à la normale sont considérées comme des neps.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Les résultats de ce test sont représentés au **Tableau 2-2** pour les trois fils concernés. L'Uster permet un suivi réel du test ainsi que la variation de la masse par rapport à une moyenne. Ce suivi est donné dans les diagrammes des **Figure 2-7**, **Figure 2-8** et **Figure 2-9**. Cette distribution permet d'identifier les défauts. Les résultats des coefficients d'irrégularité U% et de variation CV% montrent une grande variabilité des résultats et plus particulièrement pour le fil étoupe Y2 avec des valeurs atteignant 24% et 30% pour respectivement U% et CV%. Cette irrégularité est très visible dans la **Figure 2-8**, plus particulièrement dans le diagramme de variation de masse. A l'opposé, le fil long brin Y1 présente une meilleure régularité. A titre égal, cette différence peut être expliquée par le fait que les fibres sont plus longues avec un meilleur alignement pour les fils Y1 et Y3. Quant au fil étoupe Y2, il possède des fibres plus courtes qui accentuent la présence de défauts. Ces fibres sont difficiles à manipuler et peuvent être mal-alignées et s'entasser par zone pendant la filature. Ainsi, le fil avec le quota le plus important de fibres courtes, le fil étoupe Y2, présente une plus grande variation massique au sein de la structure fibreuse.

Un autre coefficient à prendre en compte est le rapport entre CV% et U%. En effet, ces coefficients sont liés par un rapport $\frac{CV}{U}$ qui fournit des informations complémentaires sur la répartition des fibres dans la structure. Si le coefficient est égal à une valeur limite de 1,25 ($\sqrt{\frac{\pi}{2}}$), la répartition des fibres suit une loi normale gaussienne. Dans le cas où il est inférieur à cette valeur, la distribution des fibres est symétrique avec des variations périodiques très importantes. Finalement, si le coefficient est supérieur à 1,25, la répartition des fibres est asymétrique avec la présence de variations aléatoires et des défauts périodiques [9]. D'après le **Tableau 2-2**, tous les fils dépassent le coefficient de 1,25 et par conséquent possèdent une distribution asymétrique et aléatoires en plus de la présence de défauts périodiques. Le fil Y2 se rapproche le plus de la distribution gaussiennne.

De même, les défauts tels que les finesses et les grosseurs sont nettement plus présents dans le fil étoupe Y2. Les valeurs mesurées dans le **Tableau 2-2** représentent le nombre de fois où le fil dépasse le seuil limite défini préalablement. Ces résultats viennent confirmer les conclusions retrouvées pour les coefficients d'irrégularité. En revanche, les neps sont plus importants avec les fils Y1 et Y3. Ceci peut être expliqué par un facteur de torsion plus faible par rapport à celui du fil Y2. Par conséquent, cette structure moins compacte peut augmenter la possibilité d'avoir des défauts plus locaux et plus importants tels que ces boutons présents sur le fil car les fibres sont moins retenues dans la structure. En outre, le paramètre H indique que la pilosité est plus élevée pour le fil de fibres plus courtes, le fil étoupe Y2. Il est établi que la qualité de la fibre est un facteur prédominant sur les propriétés structurelles du fil.

Tableau 2-2. Irrégularité des fils

Echantillons	U%	CV%	coefficient $\frac{CV}{U}$	Finesses -50%	Grosseurs +50%	Neps + 200%	H
Y1-LB 9,5	16,8	21,8	1,29 > *1,25*	168	456	1704	3,8
Y2-E 9,5	23,8	30,1	1,26 > *1,25*	2200	1272	824	5,6
Y3- ROV1050	18,1	23,3	1.29 > *1,25*	368	624	1216	3,6

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

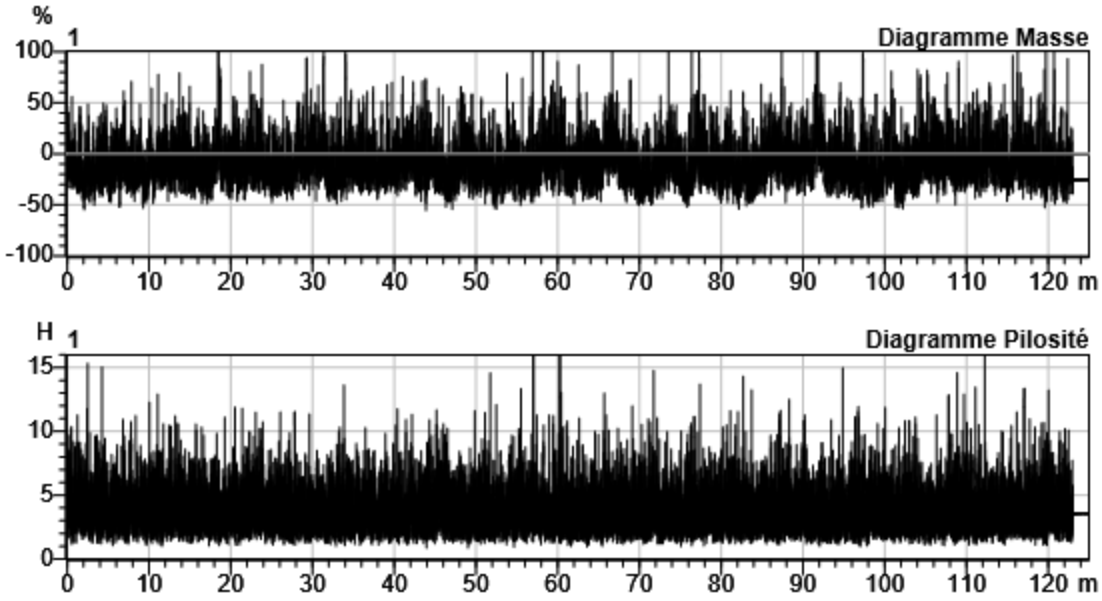


Figure 2-7: Diagrammes de masse et de pilosité pour le fil Y1-LB9.5

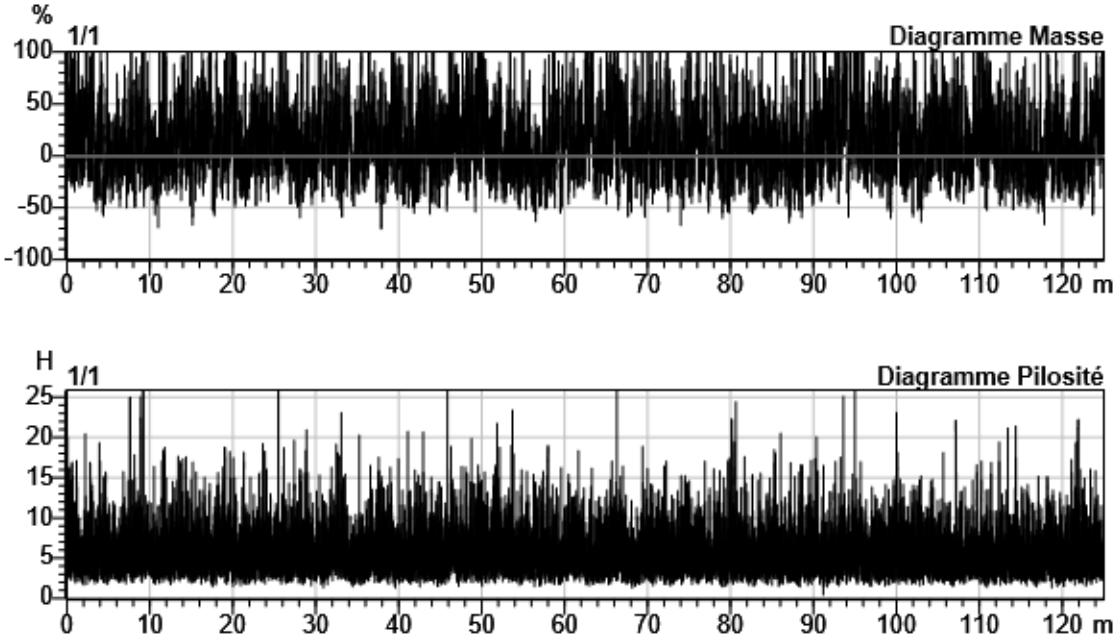


Figure 2-8: Diagrammes de masse et de pilosité pour le fil Y2-E9.5

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

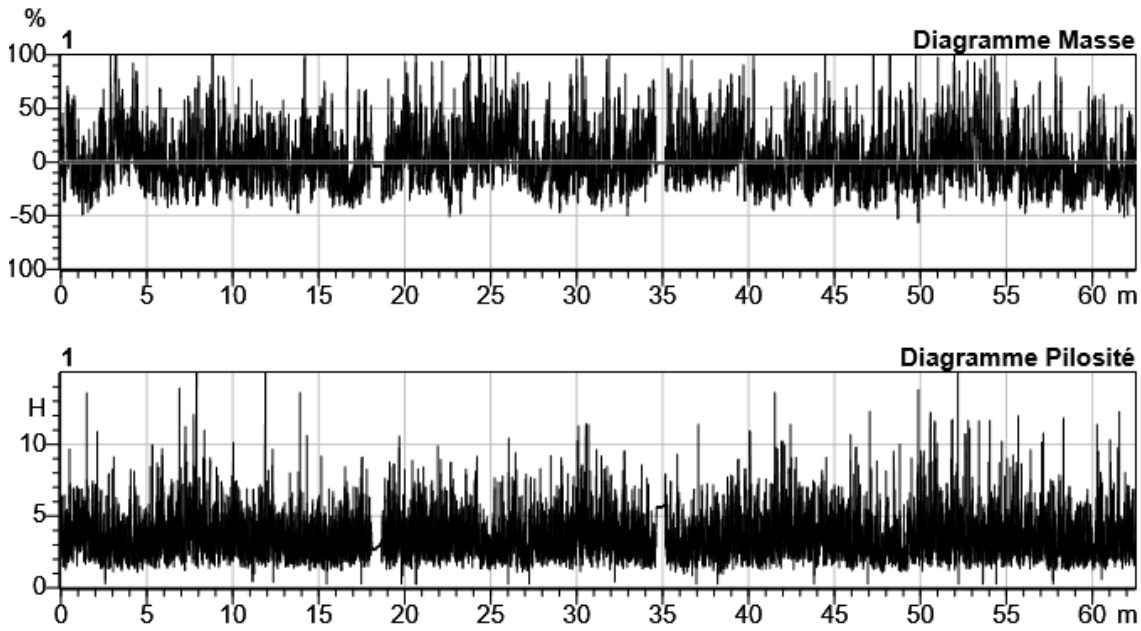


Figure 2-9: Diagrammes de masse et de pilosité pour le fil Y3-ROV1050

2.2.4 Propriétés mécaniques : analyse de la variabilité au sein du même échantillon

Suite à la caractérisation physique, une caractérisation mécanique des fils en traction simple est effectuée suivant la norme standard ISO 2062 [29]. Pour chaque type de fil, 20 échantillons ont été testés à l'aide du banc de traction MTS avec une cellule de force de 100 N. Une vitesse de 250 $mm.min^{-1}$ a été appliquée pour une longueur entre les pinces de 250 mm. Aucune pré-tension n'est utilisée. Après chaque test, les valeurs de force maximale (force à la rupture), déformation à force maximale et les pentes des parties linéaires des courbes sont calculés et étudiées.

Dans la **Figure 2-10**, les résultats du lot des fils Y2 ainsi que la courbe moyenne de l'ensemble des tests sont présentés. Les courbes des 20 échantillons présentent la même évolution néanmoins une forte variabilité des valeurs à rupture (force et déformation) est constatée. Cette variabilité peut être expliquée par la non –uniformité des fibres de lin et l'irrégularité engendrée lors de la filature. De surcroît, la variabilité au sein du même lot est bien apparente en débobinant le fil et on constate la différence de section, de distribution massique et une grande pilosité du fil, comme observé lors des tests de régularité (**Figure 2-11)**. Les études de Blanchard et al. [30] sur les fils de lin et de Belaadi [31] sur les fils en sisal confirment l'existence de cette variabilité lors des tests de traction. Afin de faciliter la lecture, l'analyse sera conduite avec les valeurs de la courbe moyenne des trois fils (Y1, Y2 et Y3) en ajoutant les différents écarts types comme présenté sur la **Figure 2-10** et la **Figure 2-12**. La présence de légères ondulations peut être notée pour chaque courbe (**Figure 2-12**) qui est due aux différentes longueurs discontinues de fibres de lin au sein du même fil, entrainant des ruptures partielles lors de l'essai.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

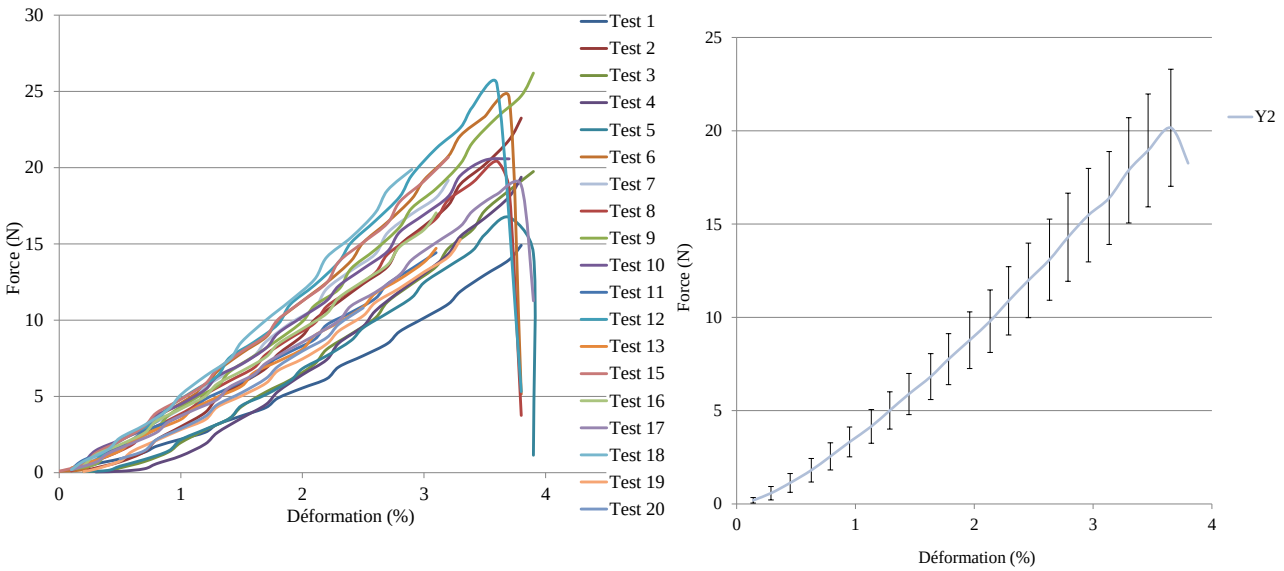


Figure 2-10: Courbes de traction du fil Y2 des 20 échantillons – courbe moyenne

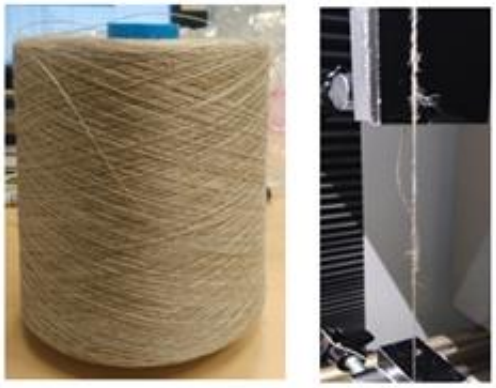


Figure 2-11: Exemple du fil Y2: irrégularité et pilosité apparente au sein de la même bobine

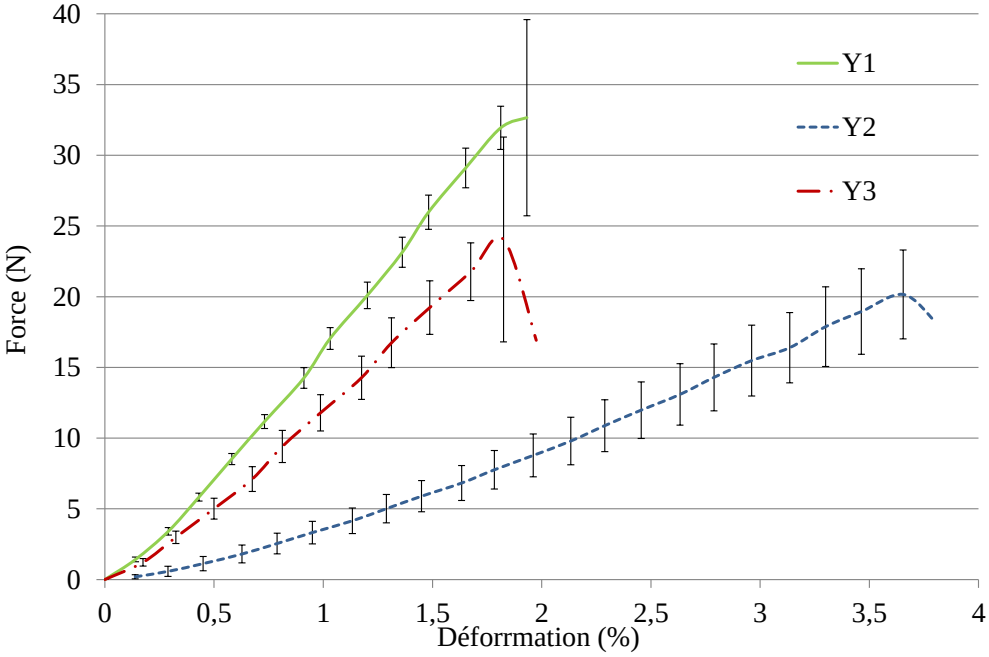


Figure 2-12: Réponse en traction des 3 fils

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

2.3 Analyse intra-échelle : comparaison des propriétés mécaniques entre les différents fils/ mèches

Dans cette partie, on s'intéressera à l'influence des propriétés structurelles de ces fils sur leur comportement mécanique en traction. En effet, la caractérisation mécanique des fils Y1, Y2 et Y3 met l'accent sur la variabilité au sein d'un même fil ainsi qu'entre les différents fils, comme présenté sur la **Figure 2-12**. La différence du taux de torsion et du type de fil conduit à une variation des caractéristiques en traction bien que ces derniers possèdent le même titrage de 105 tex.

Les valeurs de force et de déformation maximales sont données sur la **Figure 2-13**. Les fils Y1 et Y3 présentent la même tendance avec une déformation à la rupture proche de 1,9% alors que pour le fil Y2 cette déformation est de 3,7%. Par contre, la force à la rupture est plus faible pour le fil Y2 (20 N) comparativement aux fils Y1 (33 N) et Y3 (24 N). Etant donné l'influence de la torsion sur l'effort à rupture des fils [4] le fil Y2 aurait dû avoir de meilleures propriétés mécaniques par rapport à celles obtenues. Ce résultat peut être justifié par la valeur très élevée de la torsion (400 tours.m^{-1}) pouvant dépasser la valeur critique, entrainant ainsi la chute de cet effort maximal [17]. Cette valeur critique représente le seuil limite, acceptable qui permet d'augmenter la résistance du fil sans dégrader les fibres. En l'occurrence, une très forte torsion, dépassant ce seuil, peut entraîner une contrainte interne dégradant les propriétés mécaniques du fil. De plus, le fil Y2 est obtenu à partir d'étoupes en filature sec avec des fibres moins longues que celles des fibres des fils Y1 et Y3. Dans ce contexte, Blanchard et al. [30] ont trouvé la même gamme de valeurs de la force de rupture pour des densités linéiques équivalentes.

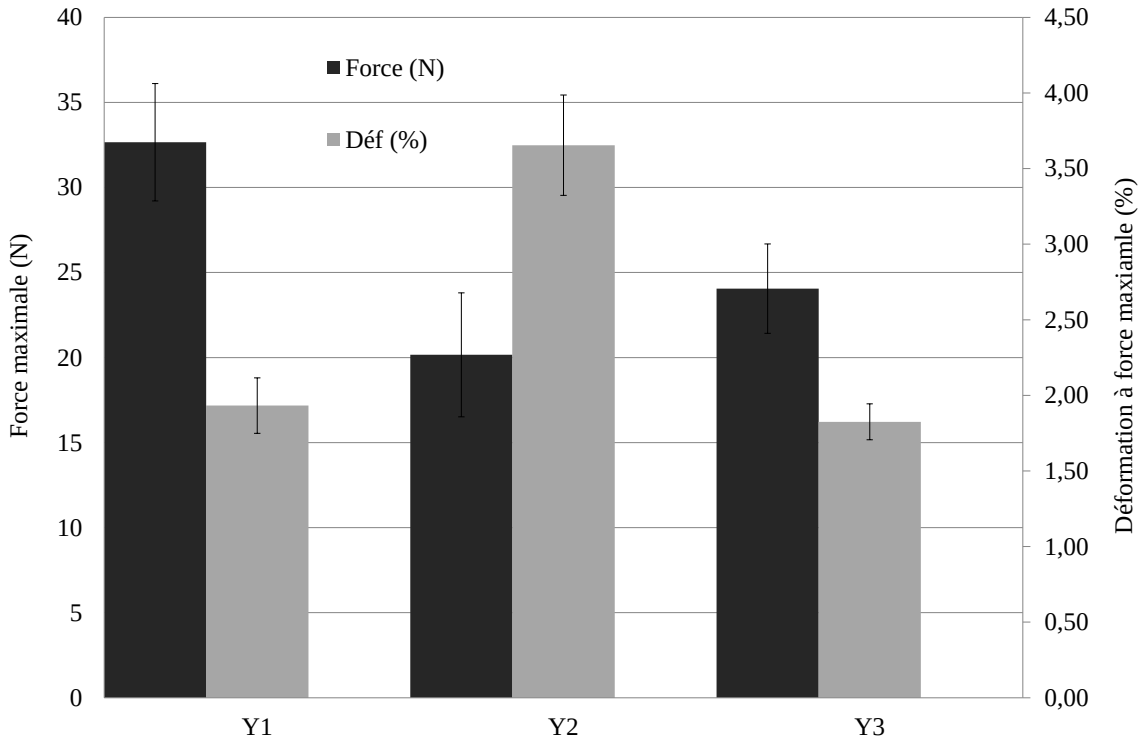


Figure 2-13: Force maximale et déformation à la traction des fils

Dans la littérature, la rigidité mécanique est introduite dans le but de comparer les propriétés de fils ayant différentes sections, mais pour les fils de lin, ce paramètre devient difficile à calculer étant donné que la section est variable, et diffère au sein d'un même fil.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

En effet, la section du fil est très irrégulière à cause du caractère naturel de la fibre, de la compressibilité des fibres et les techniques d'élaboration [32]. Par conséquent, en plus des valeurs des efforts et de déformations maximales des courbes de traction, notre attention a porté sur les pentes de la courbe effort-déformation. On peut observer également la présence d'un comportement à double courbure qui nécessite la définition de deux pentes (E1 et E2) considérées sur deux zones de déformations adaptées à ce comportement. Ainsi, la première pente E1 est estimée dans une gamme de déformation entre 0-0,5% et la seconde, E2, correspond au deuxième point d'inflexion entre 1,4–1,8%. Les résultats pour les trois fils sont représentés dans la **Figure 2-14** et les valeurs dans le **Tableau 2-3**. Ces résultats montrent, une augmentation pour les trois fils, de la seconde pente (respectivement de 34%, 89% et 40% pour Y1, Y2 et Y3), traduisant une rigidification du comportement, soit un alignement de l'ensemble des fibres dans le fil, selon la direction de traction. En comparaison avec le fil fortement tordu Y2, Y1 présente une pente plus élevée [4,16,17,22]. Goutianos et al. [4,16] ont démontré la possibilité que les fils à faible torsion possèdent des propriétés mécaniques faibles à l'état sec étant donné que la torsion aide à renforcer le compactage des fils et à améliorer la solidité intrinsèque des fils. En revanche, une forte torsion entraine l'augmentation de la contrainte interne du fil endommageant les fibres et la structure et c'est pour cette raison que le fil Y2 présente une faible pente.

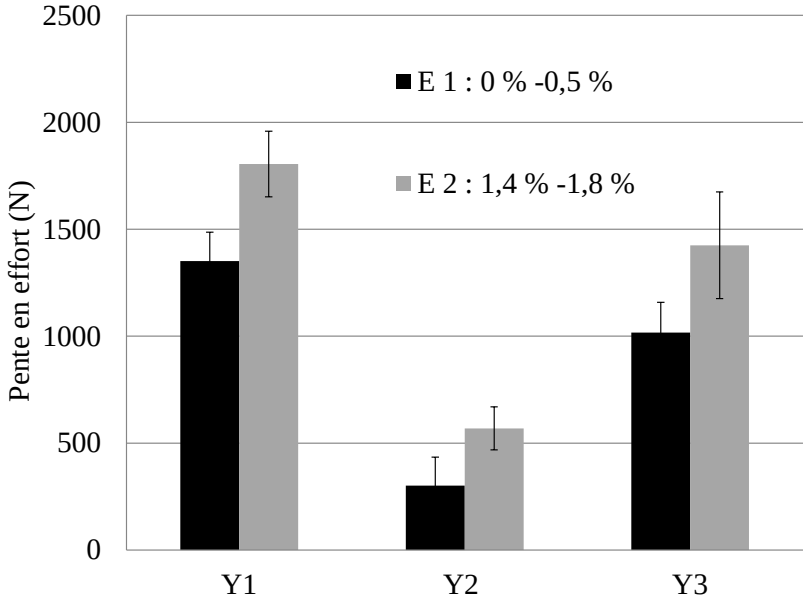


Figure 2-14: Pentes E1 et E2 des fils

Tableau 2-3. Propriétés en traction des fils

Fil	Force-Max (N)	Déformation à Fmax (%)	Pente E1 (N)	Pente E2 (N)
Y1	32,7 ± 3,4	1,93 ± 0,18	1351 ± 135	1805 ± 153
Y2	20,2 ± 3,6	3,65 ± 0,33	301 ± 134	569 ± 100
Y3	24 ± 2,6	1,83 ± 0,12	1016 ± 142	1425 ± 249

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

2.4 Influence du tissage : caractérisation mécanique du fil après tissage

Après avoir identifié les propriétés mécaniques des 3 fils, supports de cette étude, avant de passer à l'échelle tissu, il nous a paru intéressant d'étudier l'influence du procédé de tissage sur les propriétés en traction des fils en comparant leur comportement avant et après tissage. La caractérisation est réalisée grâce à des essais de traction sur plusieurs fils détissés de la structure. La classification des préformes et le procédé de tissage seront détaillés dans le chapitre 3, dédié aux propriétés mécaniques à l'échelle du tissu. Ci-dessous une brève introduction du tissage est proposée.

Le tissu est un assemblage de plusieurs fils ou mèches entrelacés selon une armure (motif d'entrecroisement) bien déterminée dans deux directions perpendiculaires : la chaîne dans le sens de l'avancée du tissu (0°) et la trame pour la direction perpendiculaire (90°) [8]. La trame est introduite par un vecteur selon l'armure choisie. Plusieurs paramètres entrent en jeu à l'échelle du tissu technique comme la contexture (nombre de fil en chaîne et en trame), l'armure, les traitements post-tissage, etc.

D'une manière générale, les chaînes sont disposées parallèlement sur une ensouple et rentrées dans des lisses selon le motif de l'armure afin de créer le mouvement de la foule. La foule s'ouvre en espaçant deux nappes de chaine entre elles et le fil en trame est délivré à l'intérieur de la foule avec chaque mouvement du vecteur (lance, projectile, navette..). Ensuite, le peigne se rabat sur le fil de trame pour le plaquer contre le précédent créant ainsi l'entrecroisement des fils (**Figure 2-15**) [8,33-35]. Le mode d'entrecroisement de ces fils dans les deux directions est appelé armure.

Ainsi, des opérations comme le déroulement de l'ensouple, le rentrage des fils dans les lisses ou à travers le peigne entrainent de fortes sollicitations pouvant endommager le fil. La frappe du peigne peut également engendrer des frottements importants en plaquant les fils [35]. Ces sollicitations mécaniques appliquées sur le fil en chaîne et en trame modifient son comportement mécanique. Par conséquent, il est intéressant d'analyser les propriétés en traction du fil, avant et après tissage, dans les deux directions.

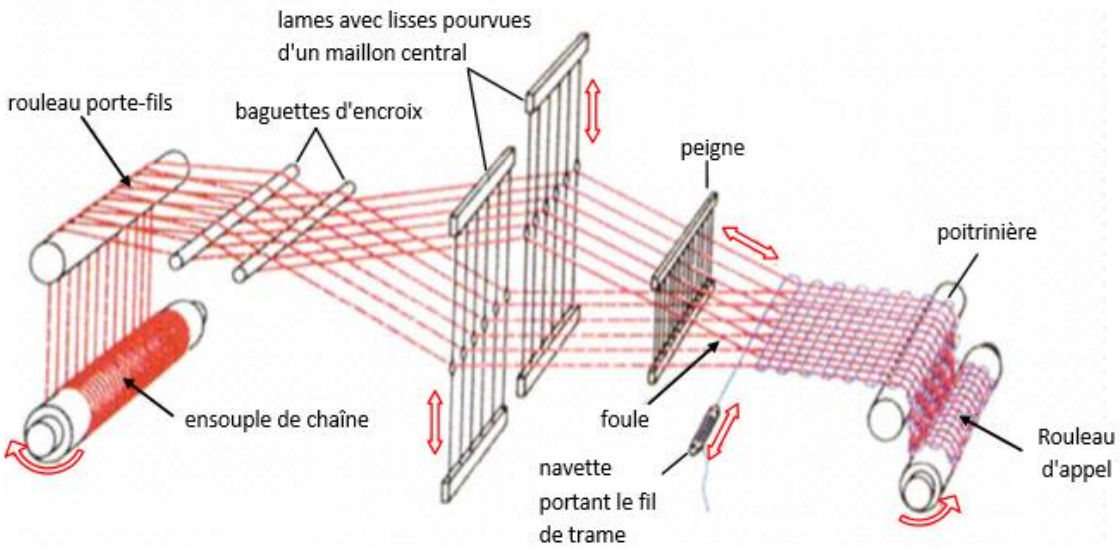


Figure 2-15: Principe d'un métier à tisser [35]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

On s'est intéressé dans cette étude à l'effet du tissage ainsi que l'influence de paramètres tels que le traitement et le type de filature sur les propriétés des fils. Par conséquent, les fils ont été soigneusement détissés, pour chaque direction, d'échantillons tissés de dimension 500 × 50 mm² (de tissus ou quasi-UD) à différentes localisations. Les fils sont ensuite testés en traction simple comme expliqué préalablement [29].

2.4.1 Tissage en sergé 2/2 d'un quasi-UD avec différents types de fil

Chaque lot de fils (Y1, Y2 et Y3) a été inséré en trame pour former un quasi-UD relié en chaîne par un fil de lin blanchi de 26 tex. L'armure utilisée est un sergé 2/2 où les fils s'entrecroisent comme indiqué à la **Figure 2-16**. Les caractéristiques de ces renforts sont présentées sur le **Tableau 2-4**. Les fils sont extraits des renforts quasi-UD et testés en traction. Les tests ont été réalisés surtout en trame car le fil de chaîne est de titrage négligeable (ayant juste servi de fil de liage). On se contentera donc sur la présentation des caractéristiques des fils en trame. Les courbes moyennes en traction des trois fils après tissage sont présentées dans la **Figure 2-17**.

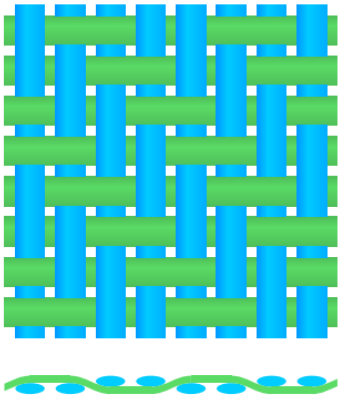


Figure 2-16: Schéma d'une armure sergé 2/2

Tableau 2-4. Caractéristiques des renforts quasi-UD

Renfort	Armure	Chaine : fil / titre	Trame : fil / titre	Contexture (fils/cm)
UD1-Y1-LB9.5	Quasi-UD Sergé 2/2	Lin blanchi 26 tex	Y1 : LB-9,7 105 tex	Chaine = 13 Trame = 18
UD2-Y2-E9.5	Quasi-UD Sergé 2/2	Lin blanchi 26 tex	Y2 : E-9,5 105 tex	Chaine = 13 Trame = 19
UD3-Y3-ROV1050	Quasi-UD Sergé 2/2	Lin blanchi 26 tex	Y3 : Roving-1050 105 tex	Chaine = 13 Trame = 17,4

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

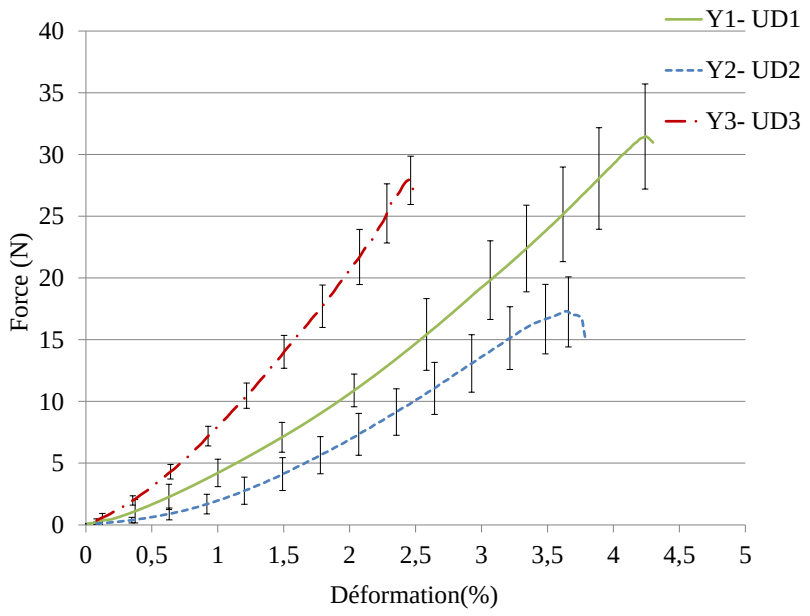
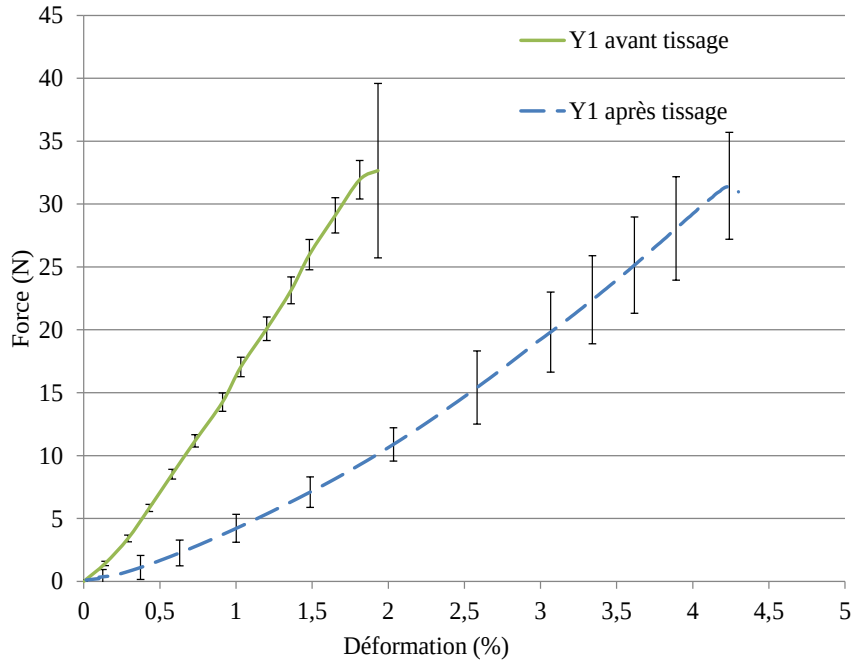


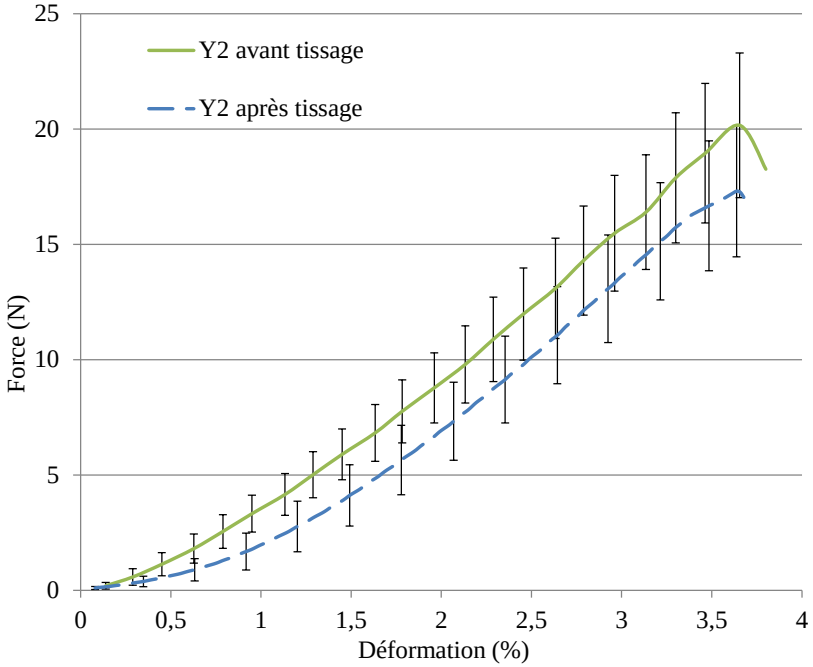
Figure 2-17: Courbes en traction de la force en fonction de la déformation des fils après tissage (quasi-UD)

Afin d'examiner l'évolution de la courbe, on reporte indépendamment sur la **Figure 2-18** la réponse en traction pour chacun des fils Y1, Y2 et Y3 avant et après tissage. Concernant la force maximale, les valeurs pour le fil Y1 et Y2 restent quasi-inchangées avant et après tissage, en prenant en compte l'écart type moyen. Pour le fil Y3, il existe une légère augmentation (≈10%) entre avant et après tissage. En outre, pour le fil Y2 à forte torsion, l'évolution de la courbe est quasi-équivalente avec une légère diminution de la pente après tissage.

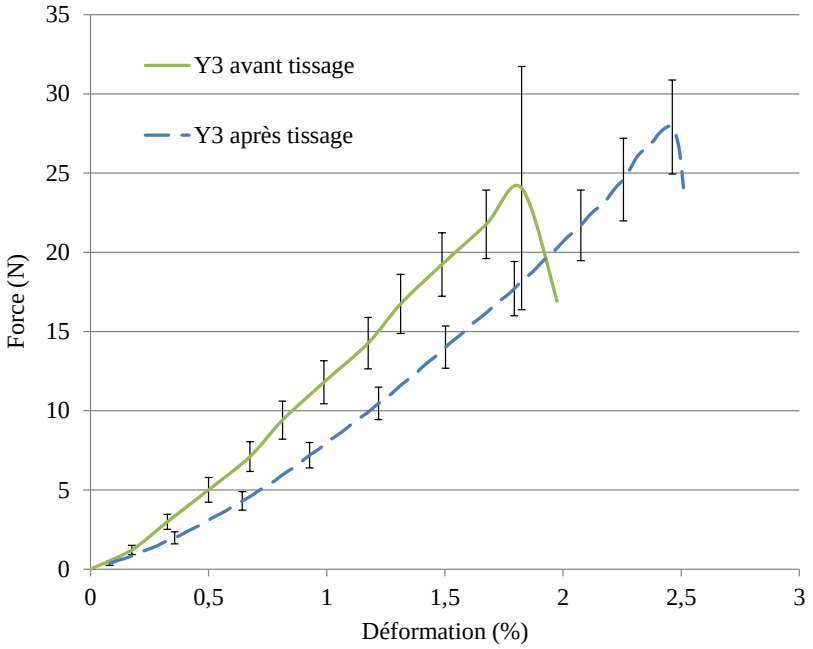


(a)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(b)



(c)

Figure 2-18: Courbes de traction des fils Y1 (a), Y2 (b) et Y3 (c) avant et après tissage

On reporte à la **Figure 2-19** les valeurs maximales des efforts et déformation avant et après tissage pour les trois fils. Le procédé de tissage est à l'origine de l'augmentation de la déformation à effort maximal et plus particulièrement pour les fils qui ont une plus faible torsion, Y1 et Y3 (avec une augmentation de 110% et 33% pour respectivement Y1 et Y3). Pour la résistance en traction, une baisse des propriétés est observée étant donné les fortes tensions et frottements appliqués sur les fils au cours du tissage. La force maximale du fil

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Y2 diminue de 15% après tissage, néanmoins la valeur est proche de l'intervalle de l'écart-type du fil. Cependant, les valeurs retrouvées de la déformation restent équivalentes.

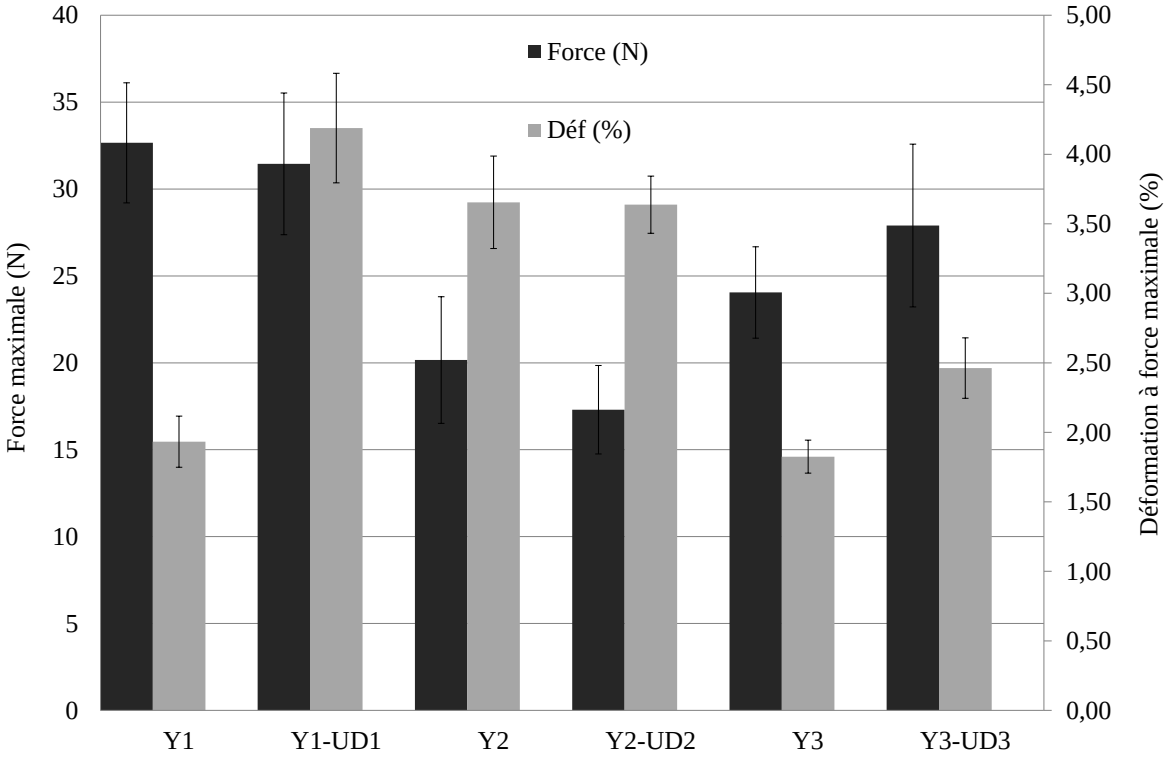


Figure 2-19: Evaluation de la force maximale et la déformation des fils avant et après tissage (renfort quasi-UD)

L'étude des pentes après et avant tissage est conduite afin d'analyser l'évolution de cette rigidité équivalente après tissage. Suivant la même procédure, les pentes E1 (entre 0 et 0,5% de déformation) et E2 (entre 1,4% et 1,8% de déformation) des courbes des fils après tissage sont calculées et reportées d'une part dans la **Figure 2-20** mais également dans le **Tableau 2-5** en incluant l'évolution avant et après tissage. D'après les résultats, le tissage a une forte influence sur la rigidité du fil surtout pour le long brin Y1. Pour l'étoupe Y2, la baisse du module après tissage est nettement plus faible pour E2 (7%). Ainsi, le taux de torsion peut aider à conserver la rigidité du fil même après le tissage. Par ailleurs, une importante diminution de la première pente après tissage est observée (79% pour le fil Y1). Ce phénomène peut être causé par les fortes sollicitations et contraintes exercées sur le fil lors des diverses étapes de tissage. La diminution significative de la première partie linéaire peut indiquer que la dégradation causée par le tissage semble irréversible.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

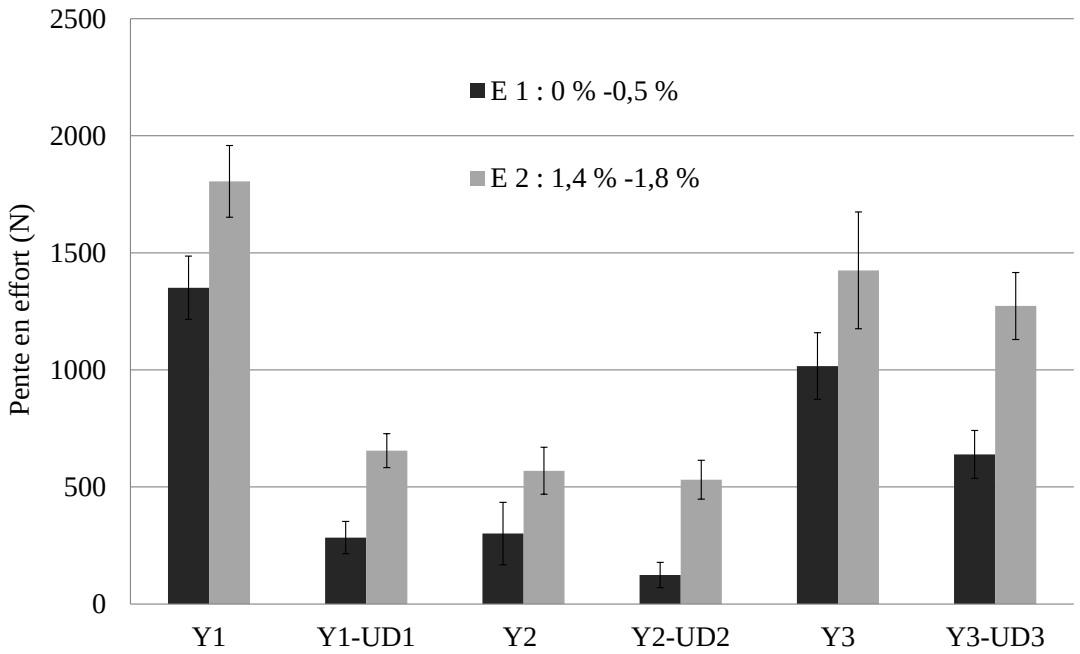


Figure 2-20: Pentes E1 et E2 pour les fils avant et après tissage pour les renforts quasi-UD

Tableau 2-5. Pentes (E1 et E2) avant et après tissage

Fil	Pentes avant tissage (N)		Pentes après tissage (N)		Evolution des pentes après tissage	
	E1	E2	E1	E2	E1	E2
Y1	1351 ± 135	1805 ± 153	284 ± 69	655 ± 73	79%	64%
Y2	301 ± 134	569 ± 100	124 ± 54	531 ± 83	59%	7%
Y3	1016 ± 142	1425 ± 249	639 ± 102	1273 ± 143	37%	11%

2.4.2 Tissage toile avec différents traitements

Dans cette deuxième série de tests, l'influence de la direction du tissage ainsi que des traitements post-tissage sur les propriétés mécaniques des fils a été étudiée. Les apprêts chimiques ou mécaniques sont souvent nécessaires pour la préparation des renforts aux applications techniques. De ce fait, notre étude porte sur l'influence de quelques traitements (désencollage, séchage, ignifugation et calandrage) couramment utilisés pour répondre à la demande industrielle.

L'encollage des fils est effectué afin de donner une cohésion et de regrouper les fibres le long du fil pour supporter les tensions appliquées lors du tissage et éviter la friction créée au cours du tissage. Les produits d'encollage sont ensuite éliminés par un procédé de lavage ou désencollage, habituellement effectué sur le tissu à la sortie du métier.

Dans ses travaux de thèse, E. Capelle [33] a utilisé l'encollage sur des fibres alignées afin de former un roving plat et adapté au tissage. Cet encollage a été réalisé à base de cire textile et par un passage dans un bain d'imprégnation et des rouleaux presseurs comme présenté sur la **Figure 2-21**. Les rovings sont ensuite séchés par un passage sur plusieurs

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

rouleaux chauffés à 120°C. Par contre, cette colle peut limiter l'imprégnation et réduire l'affinité des fibres avec la résine lors de la réalisation du composite d'où la nécessité d'un procédé de lavage afin de désencoller le tissu. Le lavage est souvent réalisé par des passages sur un rouleau dans un bain contenant des produits lessiviels. Le tissu est ensuite séché thermiquement par un passage en rame.

Pour notre gamme, le tissu désencollé séché, noté TI1-DS, a subit un encollage avec du Colmethyl P400. Cette colle s'élimine facilement avec un lavage à l'eau chaude (entre 80-85°C) et un détergent. Concernant cet aspect, Capelle [33] a montré que l'élimination de l'encollage par les procédés de lavage et de séchage conduit à une dégradation importante des propriétés mécaniques des mèches et particulièrement dans la direction trame. Au cours du lavage, les fils en chaîne sont tendus sous l'effet des rouleaux mais la sollicitation des fils en trame est plus importante (en traction et en flexion) étant donné que le tissu est maintenu par les lisières lors de son passage en rame de séchage. Par exemple, pour un roving encollé de 500 tex, une réduction de 67% de la force de rupture est observée après le désencollage et le séchage dans la direction trame.

Figure 2-21: Exemple d'une machine encolleuse industrielle [33]

Suite à ces deux traitements post-tissage, une fonctionnalisation du tissu est possible afin de lui conférer une propriété supplémentaire. Par exemple, un traitement anti-feu est nécessaire pour certaines applications techniques. La résistance au feu des matériaux composites peut être obtenue de plusieurs manières et le traitement peut être ajouté au matériau à l'échelle fils, fibres ou avec des revêtements appliqués directement sur le produit [36]. Dans la littérature, Duquesne et al. [37] ont réalisé leur étude à l'échelle tissu sec et composite pour un renfort tissé avec des fils en fibres de lin alignées et assemblées par un fil polyester. L'application de la solution ignifuge a été réalisée par immersion totale dans le bain pendant 5 minutes suivie ensuite par un passage à travers des cylindres compresseurs afin d'éliminer le surplus de solution. Le tissu imprégné est ensuite séché à l'étuve à 80°C pendant une nuit. Différents additifs ont été utilisés selon un ratio optimal conseillé mais la formulation avec du MAP pure (mono-ammonium phosphate) a été retenue. La caractérisation mécanique montre que le traitement anti-feu n'affecte pas la déformabilité en traction du renfort mais une perte de 30% des propriétés mécaniques des mèches est observée. En effet, des pertes locales de la densité de la fibre peuvent avoir lieu au sein de structure fibreuse. Dans notre étude, un traitement d'ignifugation a été appliqué au tissu désencollé séché, afin d'améliorer la tenue au feu (échantillon dénommé TI2-DSI). L'ignifugation est faite par imprégnation au foulard sur le tissu. Le foulardage permet une application sur le tissu tout en maitrisant la quantité de produit appliquée. Le procédé consiste à immerger le tissu dans un bac contenant la solution ignifuge (solution

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

confidentielle). Ensuite le tissu est essoré et compressé par deux rouleaux **(Figure 2-22**). A la sortie du foulard, le séchage est effectué à des températures entre 120-160°C selon les consignes du produit. L'immersion totale dans le bain permet le traitement à cœur des fibres.

Un autre traitement mécanique possible est le calandrage. Il est utilisé sur un tissu désencollé séché (échantillon nommé TI3-DSC) dans le but de le compresser, et ainsi modifier sa perméabilité. Le rôle d'une calandre de roulement est de rendre la surface du tissu lisse ou brillante (modifier le toucher). Cette action mécanique de compression modifie les propriétés du tissu en déformant et aplatissant les fils les uns contre les autres en augmentant ainsi les points de liaison et renforçant la cohésion entre les fibres [38].

Finalement, un tissu écru (échantillon nommé TI4-Ecru) est pris comme référence. C'est un tissu sorti de métier à tisser, avant le désencollage.

Ces 4 échantillons (TI4-Ecru, TI1-DS, TI2-DSI, TI3-DSC) ont été tissés, dans les directions chaine et trame, avec le fil étoupe Y2. Ce dernier conserve quasiment ses propriétés mécaniques avant et après tissage. L'armure utilisée pour le lot de matière est une armure basique appelée toile où les fils s'entrecroisent alternativement comme présenté sur la **Figure 2-23**. Cette armure nécessite des fils résistants étant donné qu'ils sont très sollicités par le changement de direction permanent. Ces tissus sont caractérisés par une armure et des densités de fils, dans les directions chaine et trame, identiques et dont les valeurs sont données dans le **Tableau 2-6**.

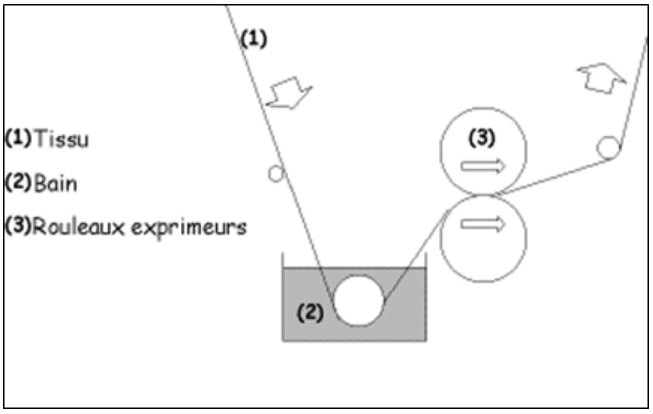


Figure 2-22: Principe du foulardage à bain unique [39]

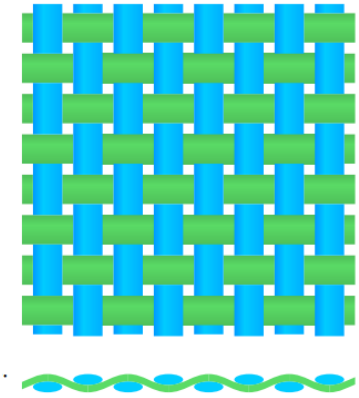


Figure 2-23: Schéma d'une armure toile

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 2-6. Caractéristiques des tissus traités

Renfort	Armure	Traitement	Fil en Chaine et en Trame	Contexture (fils/cm)
TI1-DS	Toile 1/1	Désencollé Séché	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9
TI2-DSI	Toile 1/1	Désencollé Séché Ignifugé	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9
TI3-DSC	Toile 1/1	Désencollé Séché Calandré	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9
TI4-Ecru	Toile 1/1	Ecru	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9

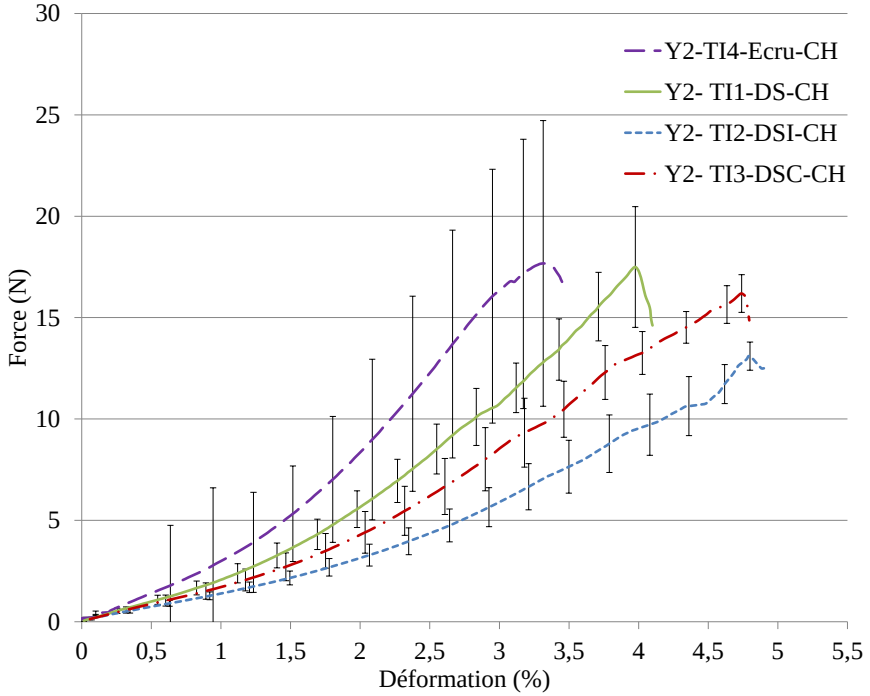
Pour chacun de ces tissus, comme pour l'étude menée sur les quasi-UD, exposée précédemment, des fils ont été soigneusement extraits, dans les directions chaine et trame puis testés en traction afin de les comparer avec les propriétés des fils avant tissage.

Les courbes moyennes en traction des fils en chaîne et en trame après tissage sont présentées **Figure 2-24**. On peut constater des écarts-types plus importants. Dans la direction chaîne, la force maximale diminue tout particulièrement avec le tissu désencollé séché ignifugé (DSI). Après chaque traitement, la déformation à la rupture augmente et par conséquent la rigidité du fil diminue. Ainsi avec le désencollage et le séchage (DS) la déformation à rupture passe à 4%. Ensuite, en ajoutant l'ignifugation (DSI) ou le calandrage (DSC) à ces deux apprêts, la déformation atteint respectivement 4,7% et 4,8%.

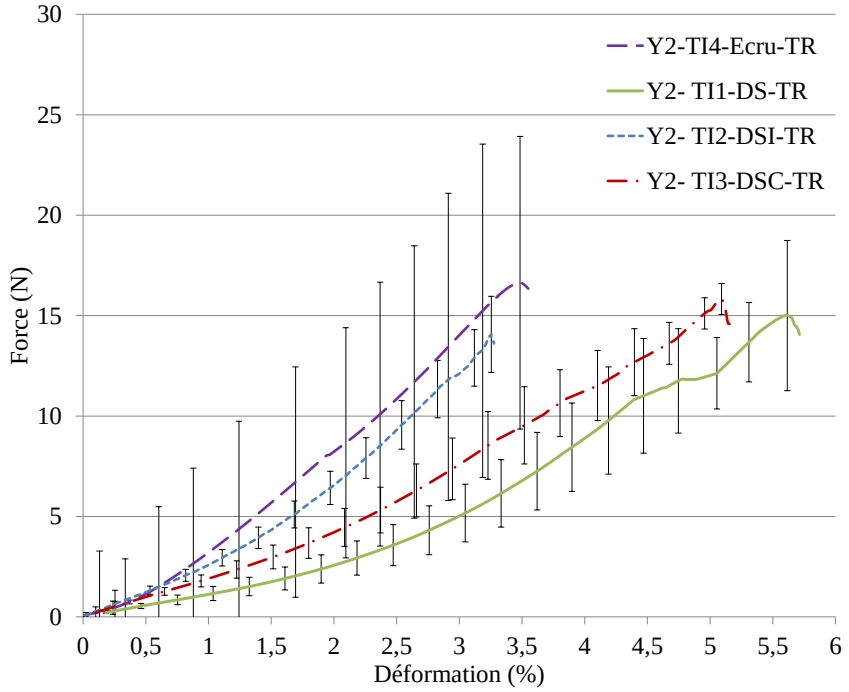
Dans la direction trame, la force maximale du fil reste relativement équivalente entre la référence écru et les tissus traités. En revanche, la valeur de la déformation correspondante à l'effort maximal augmente considérablement pour les tissus désencollés séchés (DS) et désencollés séchés calandrés (DSC).

On peut conclure que les traitements appliqués sur le tissu dégradent la rigidité du fil surtout dans la direction trame. Ceci est traduit par l'augmentation de la déformation.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(a)



(b)

Figure 2-24: Courbes en traction des fils après tissage et traitement en direction chaine (a) et trame (b)

Les courbes de la **Figure 2-25** comparent le comportement en traction du fil Y2 avant et après tissage dans les directions chaine et trame, indépendamment pour chacun des tissus étudiés. Associées à ces courbes on reporte **Figure 2-26** les valeurs des efforts et déformations maximales. Rappelons que dans l'étude du fil Y2 avant et après tissage pour les quasi-UD (**Figure 2-18**.(b)), on avait constaté que les propriétés en traction du fil Y2 restaient équivalentes en tenant compte de l'écart-type et ce pour une contexture bien plus

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

élevée. Ce résultat est confirmé avec les propriétés du fil Y2 avant et après tissage de l'écru TI4, où les trois courbes se superposent (**Figure 2-25**.(d)).

On obtient le même comportement en trame, en chaîne qu'avant le tissage avec une légère baisse de la force due aux tensions lors du tissage, observé sur le graphe de la **Figure 2-26**. L'écart-type montre une grande variabilité du fil qui confirme les premières conclusions sur la régularité de l'étoupe. En conséquence, pour le fil à forte torsion Y2, l'effet du tissage, dans le cas de cette armure toile, est moins conséquent à l'échelle fil. Ce tissu de référence permet de négliger l'effet du tissage par rapport aux autres traitements, pour la suite de l'analyse. Pour le reste, seul l'impact des traitements sera pris en compte.

Pour le tissu désencollé séché (TI1-DS), une chute des propriétés mécaniques est observée dans la **Figure 2-25**.(a), surtout dans la direction trame avec une diminution de l'effort à rupture et une augmentation de la déformation correspondante (**Figure 2-26**.(b)). Le mécanisme utilisé lors du désencollage et du séchage peut expliquer cette dégradation. Tout d'abord, l'utilisation de températures supérieures à 60°C lors du lavage et le séchage peut expliquer cette baisse de force dans les deux directions. Ensuite, une augmentation de la déformation tout particulièrement dans la direction trame est observée sur la **Figure 2-26**.(b). La cause peut être le fait que le tissu est maintenu par la laize lors de son passage en rame et dans le bain donc les fils en trame sont fortement sollicités. Emilie Capelle [33] a également démontré dans son étude des rovings que les procédés de lavage et séchage dégradent les propriétés mécaniques surtout dans la direction trame.

Avec le désencollage et le séchage, la force maximale diminue surtout dans la direction trame mais avec l'ignifugation (échantillon TI2-DSI) le comportement s'inverse avec une diminution plus significative dans la direction chaîne (**Figure 2-25.(**b)**)**. Cela signifie que l'imprégnation par foulardage sollicite les fils en chaîne. En effet, la diminution de la résistance du fil chaîne est peut être due à la tension exercée sur les fils lors du déroulé du tissu ainsi que le poids propre du fil avec l'immersion total dans le bain du produit ignifuge. En ce qui concerne la déformation à effort maximal, la valeur augmente de 33% dans la direction chaîne (de 3,6% avant tissage à 4,8% après tissage). Par contre, elle diminue dans la direction trame en comparaison avec la déformation trouvée avec le tissu désencollé séché TI1-DS (**Figure 2-26.**(b)). Par conséquent, le comportement en déformation du fil issu du TI2-DSI se rapproche de celui du fil avant tissage ce qui laisse à supposer qu'il récupère une certaine rigidité perdue après le désencollage et le séchage.

Concernant le traitement de calandrage, (échantillon TI3-DSC) les réponses en chaîne et en trame sont équivalentes avec une diminution de la résistance en traction et une déformation plus élevée par rapport au fil avant tissage (**Figure 2-25.**(c)). Il y a, certes, une dégradation des propriétés du fil, semblable à celle du tissu désencollé séché dans la direction trame (**Figure 2-26.**(b)), mais contrairement aux autres traitements, les deux directions sont équivalentes. En effet, le procédé de calandrage consiste à faire passer le tissu entre deux cylindres à haute température et forte pression conduisant à l'aplatissement des fibres. L'écrasement des fibres peut conduire au changement des propriétés mécaniques des fils dans les deux directions. En plus, l'écart-type, en d'autres termes la variabilité, diminue en comparaison avec celui des fils extraits du tissu écru et du tissu désencollé séché.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

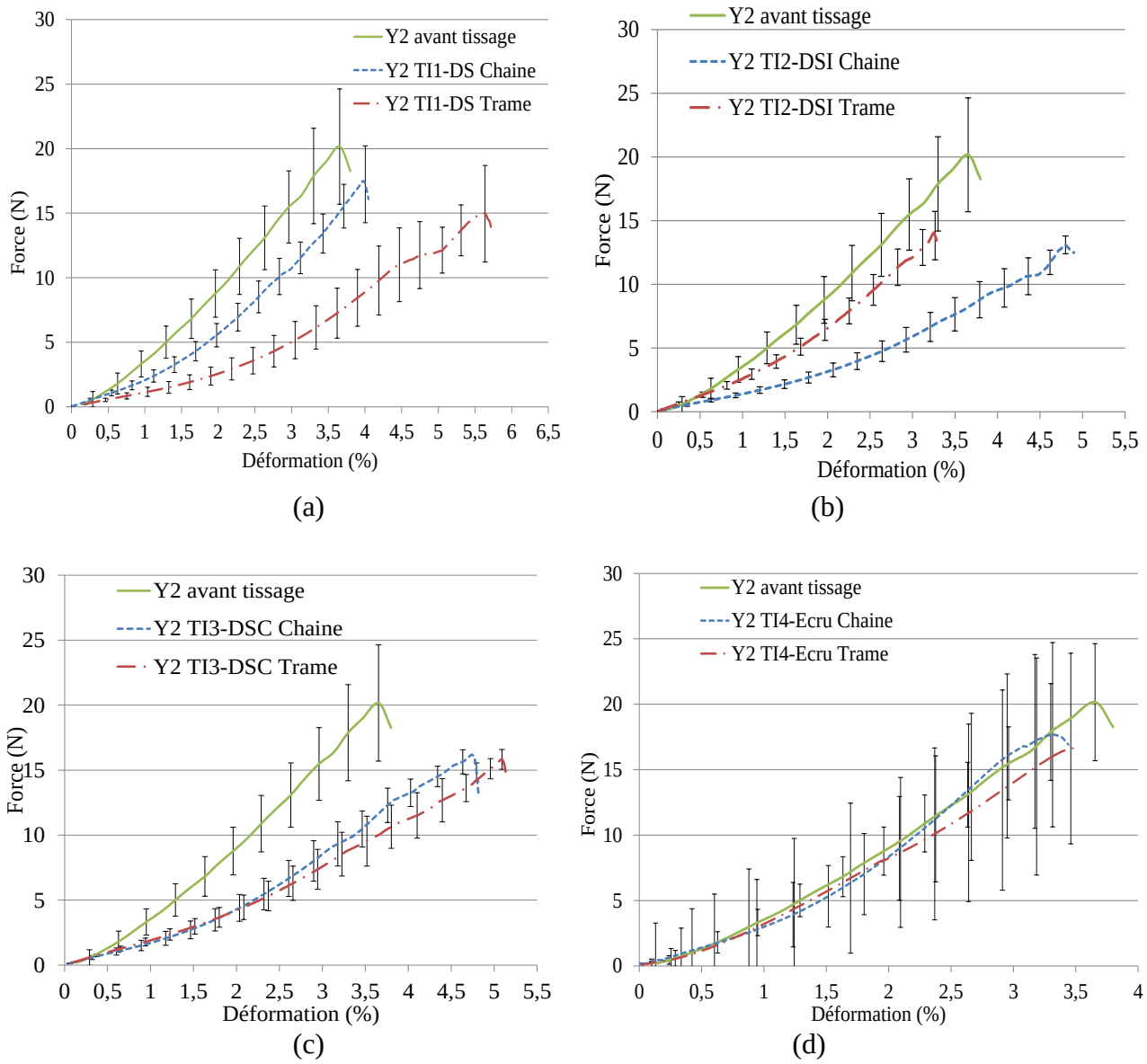
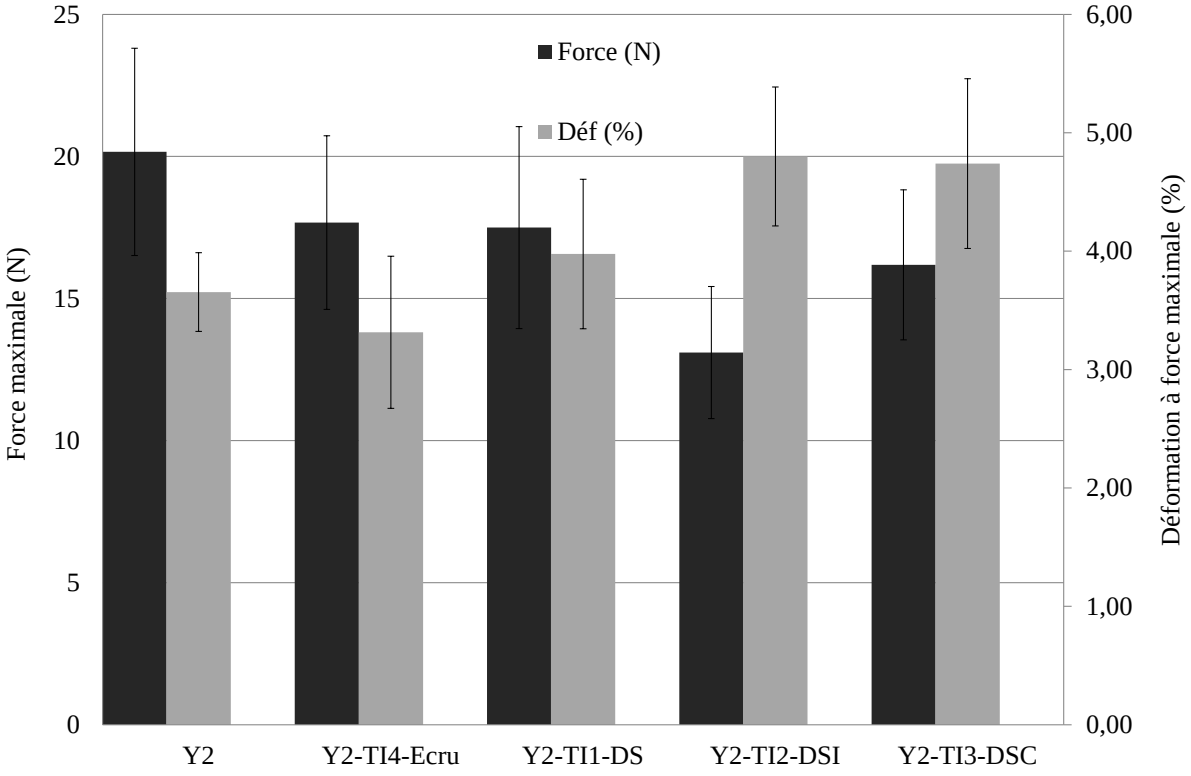


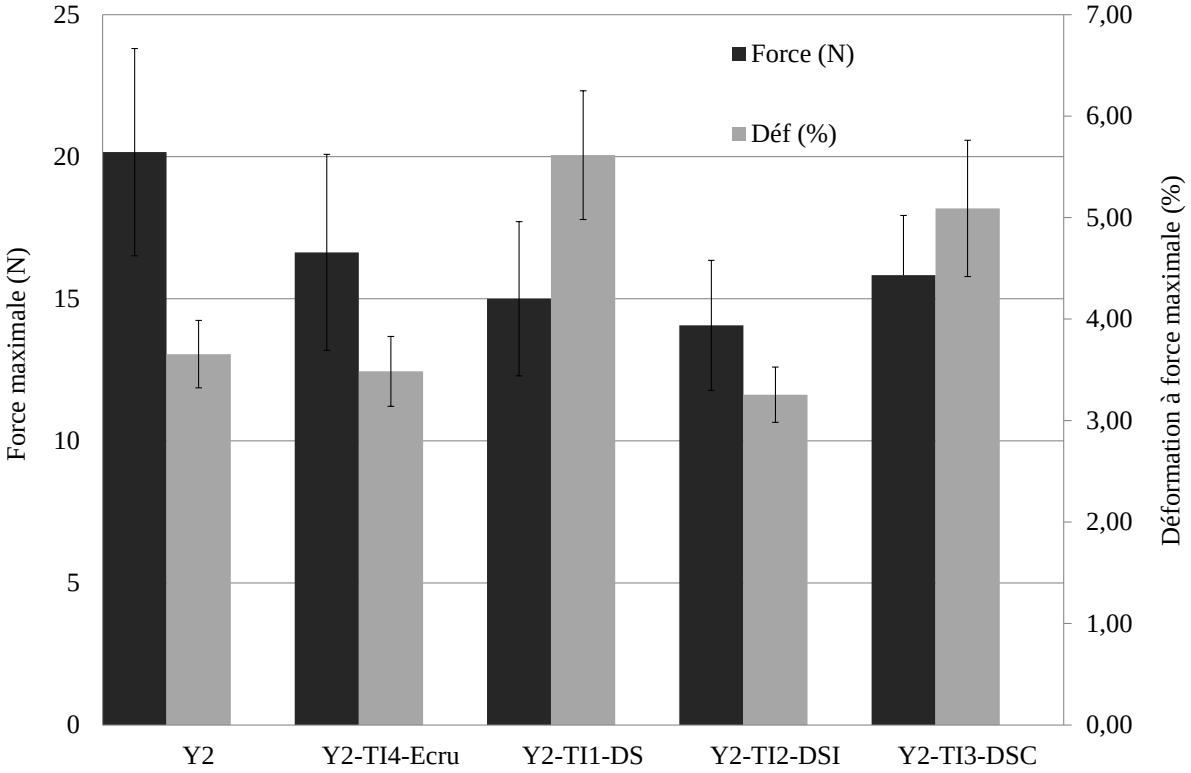
Figure 2-25: Courbes moyennes de traction pour les fils avant et après tissage : (a) tissu désencollé séché TI1-DS, (b) tissu désencollé séché ignifugé TI2-DSI, (c) tissu désencollé séché calandré TI3-DSI, (d) tissu TI4-Ecru

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr



(a)



(b)

Figure 2-26: Effort et déformation maximales des fils avant et après tissage en (a) chaine et (b) trame

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

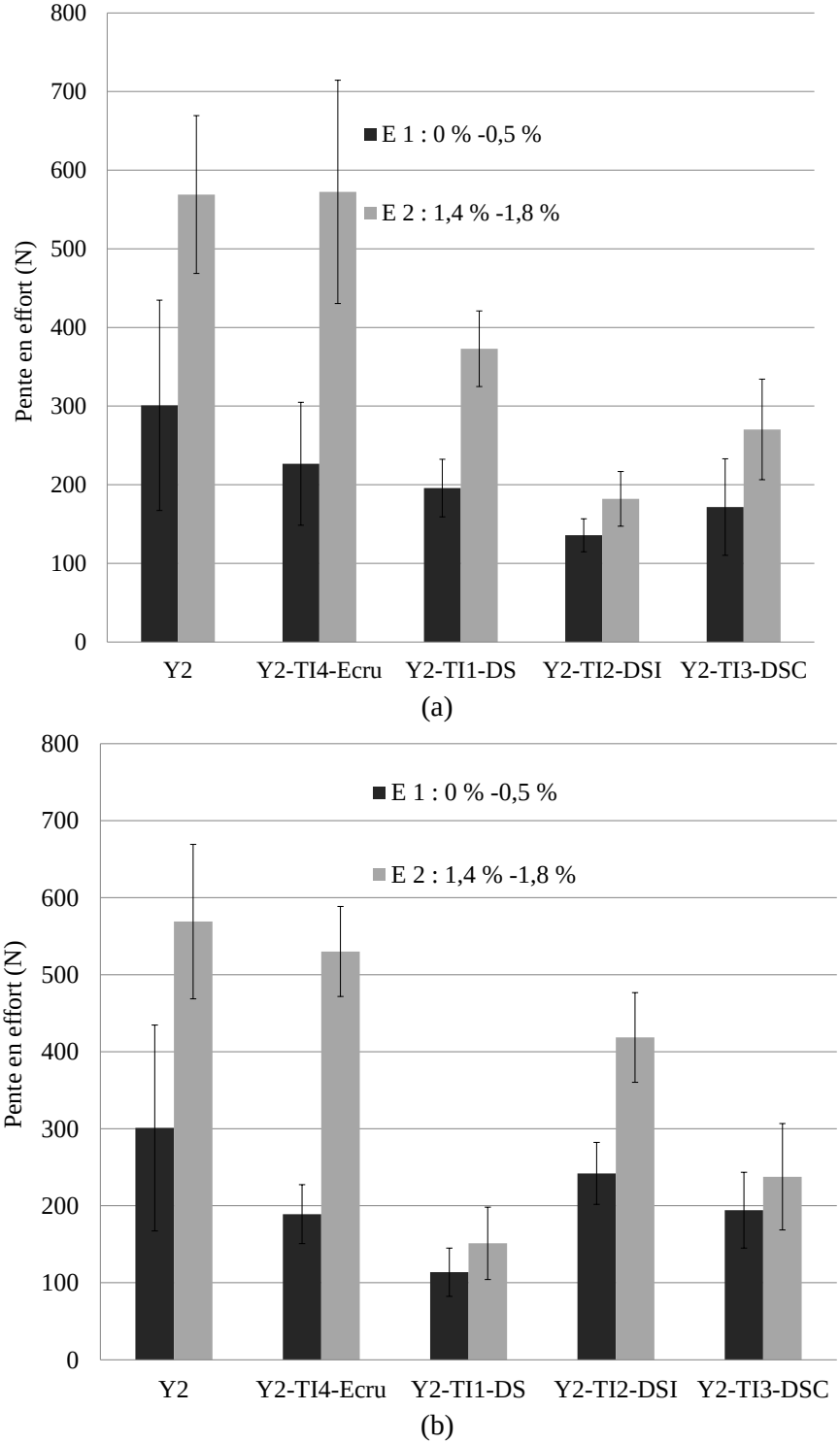


Figure 2-27: Pentes E1 et E2 pour le fil Y2 avant et après tissage
(a) en chaine et (b) en trame

Comme pour les études présentées précédemment, les pentes associés aux fils avant et après tissage ont été calculées et leurs valeurs sont reportées dans le **Tableau 2-7**. Ces pentes, E1 et E2 ont été calculées dans les mêmes gammes de déformation que définies précédemment (E1 entre 0 et 0,5% de déformation et E2 entre 1,4% et 1,8% de déformation). On reporte par ailleurs sur la **Figure 2-26** ces valeurs respectivement dans les directions chaine et trame.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Pour le fil extrait du tissu écru, la diminution de la pente après tissage est faible pour la deuxième pente E2 dans les deux directions (1% en chaine et 7% en trame).

Pour le désencollage ainsi que le séchage (DS), le tissu est maintenu en trame (en laize) à travers plusieurs passages en rame. Par conséquent, les fils en trame sont fortement sollicités tout au long du traitement ce qui explique la dégradation des propriétés des fils en trame avec une chute de 62% pour E1 et jusqu'à 73% pour E2 (**Tableau 2-7**). Cependant pour la direction chaine, ce traitement a moins d'impact sur les propriétés du fil avec des pentes relativement plus faibles par rapport au fil d'entrée (35% et 34% pour respectivement E1 et E2).

A l'inverse, pour le tissu ignifugé (DSI), le fil perd moins en rigidité en trame qu'en chaine avec une baisse de 26% pour E2 alors qu'elle atteint 68% pour les chaînes. Dans le cas du calandrage (DSC), le comportement en chaine et en trame se rapprochent avec une perte plus conséquente pour la seconde pente E2.

Tableau 2-7. Pentes des fils (E1 et E2) avant et après tissage : tissus traités

Fil	**Direction**	**Pentes en effort avant tissage (N)**		**Pentes en effort après tissage (N)**		**Pourcentage de baisse de la pente du fil après tissage**	
		E1	E2	E1	E2	E1	E2
Y2-TI4-Ecru	Chaine	301 ± 134	569 ± 100	227 ± 78	572 ± 142	25 %	1 %
	Trame			189 ± 38	530 ± 58	37 %	7 %
Y2-TI1-DS	Chaine	301 ± 134	569 ± 100	196 ± 37	373 ± 48	35 %	34 %
	Trame			114 ± 31	151 ± 100	62 %	73 %
Y2-TI2-DSI	Chaine	301 ± 134	569 ± 100	136 ± 21	182 ± 35	55 %	68 %
	Trame			242 ± 40	418 ± 58	20 %	26 %
Y2-TI3-DSC	Chaine	301 ± 134	569 ± 100	172 ± 61	270 ± 64	43 %	52 %
	Trame			194 ± 49	238 ± 69	35 %	58 %

2.5 Perspectives

Autre que l'utilisation de la filature classique, le procédé de filature à friction offre une alternative afin de réaliser un fil comélé de type Core Yarn. Un fil comélé est un fil hybride constitué d'un mélange intime de deux ou plusieurs matériaux fibreux afin de renforcer leurs propriétés. Le type Core Yarn consiste en un noyau central à base d'un filament ou de faisceaux de fibres enveloppé totalement par des fibres discontinues. Le choix de la nature et type de fibre dépend uniquement des exigences finales [40,41]. L'idée est d'intégrer la matrice et le renfort dans le même fil « hybride» afin de faciliter réalisation du renfort ainsi que la mise en œuvre du composite [42,43]. Il est réalisé en filature à friction avec une machine DREF2000 (**Figure 2-28**). La filature à friction est assurée par l'alimentation et l'ouverture des fibres, leur assemblage suivi par la torsion et leur enroulement en un fil. Le principe consiste à individualiser les fibres provenant d'un ruban de carde. Elles sont par la suite plaquées par aspiration sur deux tambours perforés et tournant suivant le même sens (**Figure 2-29**). A la surface de ces tambours, les fibres sont tordues par friction selon le sens S ou Z. Le fil DREF ou fil à friction sortant est ensuite renvidé sur un cône. Le

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

procédé est aérodynamique produit par le mouvement de deux tambours à friction assistés par l'aspiration d'air [5,40]. L'avantage de cette méthode est la vitesse de production, allant jusqu'à 300 m.min^{-1} selon les travaux de Salhotra [44] en raison de la faible tension appliquée. La filature à friction peut être adaptée à différents types de fibres [40].

Avec cette technologie, les fils sont employés pour certaines applications industrielles et techniques dans le domaine de l'automobile, l'aviation, la construction et le sport [45,46]. Ils sont souvent utilisés pour des vêtements de protection, grille pour filtration, tissus d'enduction ou de conduction électrique etc.

La structure du fil DREF est différente de celle d'un fil classique : les fibres sont parallèles à l'axe du fil marqué par une absence du phénomène de « fagotage ». La torsion produite par le frottement des tambours procure au fil DREF un aspect volumineux et une grande pilosité. Il en résulte un rapport fibre/air inférieur donc une porosité plus importante [26,41]. En outre, il présente plusieurs avantages tels qu'une très bonne mouillabilité des fibres de renfort, une meilleure affinité tinctoriale, une excellente résistance au délaminage, une meilleure régularité et un meilleur pouvoir couvrant des surfaces textiles [47]. En revanche, la résistance à l'échelle du fil est plus faible en comparaison avec les fils issus du procédé classique en raison de l'orientation des fibres au sein de la structure [41,48].

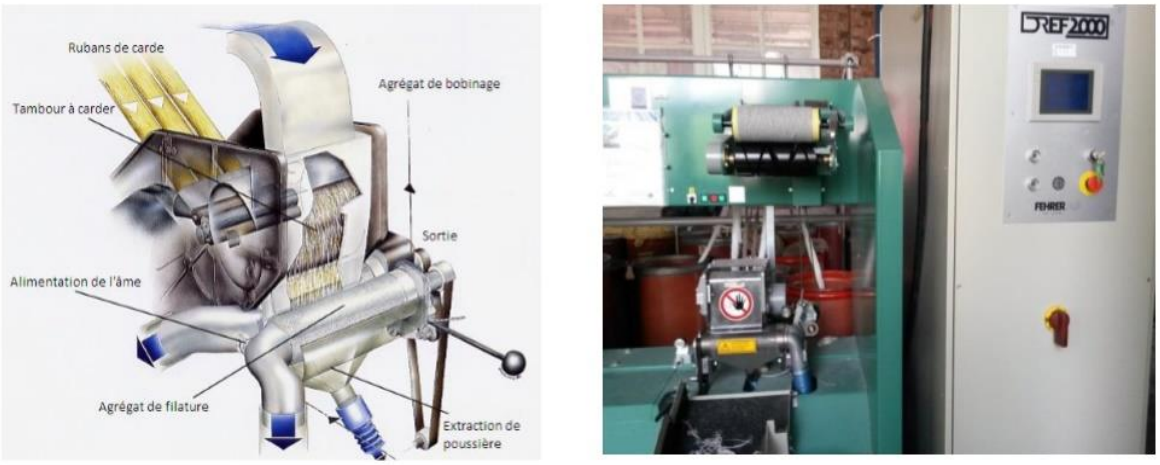


Figure 2-28: Présentation de la machine DREF 2000

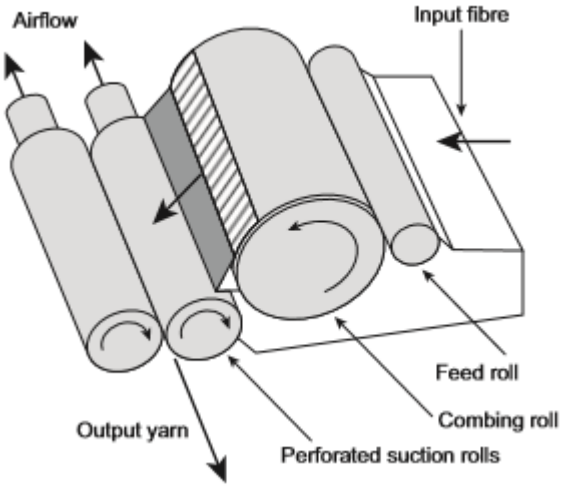


Figure 2-29: Principe de fonctionnement de la filature à friction [5]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

La gamme de fils DREF réalisée est composée d'un fil d'âme en lin entouré de fibres de polypropylène jouant le rôle de résine. La composition en fibres ainsi que le titre sont contrôlés lors de la réalisation du fil. Le fil DREF produit est composé d'un ruban de lin de titre 5,05 Ktex et d'un autre ruban de polypropylène de titre 6,68 Ktex. Le fil d'âme est un mono-filament de polyester de titre 87 dtex, négligeable par rapport aux autres quantités de matière. A partir de ces matières, plusieurs fils peuvent être réalisés à des titres et des quantités de matières différentes dans le but d'établir les meilleurs réglages pour ce fil DREF. A la suite de la réalisation des bobines de fils, un test chimique est nécessaire afin de déterminer le pourcentage réel des fibres de lin dans le fil. Par la suite, les fils sont tricotés et tressés afin de fabriquer différents types de structure de renfort. Les plaques de composite pourront être mises en œuvre par thermocompression. De surcroît, des tests de caractérisation métrologiques et mécaniques seront réalisés aux échelles fil, renfort sec et composite pour le suivi qualité matière.

2.6 Conclusions

Dans ce chapitre, différents types de fils ont été analysés ainsi que l'influence du tissage et l'ennoblissement dans les caractéristiques mécaniques des fils. L'étude du comportement de trois différents fils (long brin, étoupe et roving) à base de fibres de lin est présentée.

Tout d'abord, la caractérisation a été faite par la mesure expérimentale du titre ainsi que de la torsion. La réponse en traction des fils souligne la variabilité du comportement mécanique, même au sein d'un même lot. Ces résultats confirment la difficulté à obtenir une régularité avec les fibres naturelles, contrairement aux fibres synthétiques.

La comparaison des propriétés initiales a été conduite. La force à la rupture et la déformation des fils dépendent de la structure du fil et la torsion où le long brin Y1 a une meilleure résistance à la traction. Par contre, l'étoupe Y2 fortement tordu présente une plus grande déformation par rapport aux fils de même titrage avec une faible torsion (Y1 et Y3).

Pour l'analyse de l'effet du tissage, l'étude du comportement des fils avant et après tissage montre l'impact des différentes tensions exercées lors de ce procédé. Les courbes en traction montrent la même tendance pour le fil après tissage. En prenant en compte la pente en effort du fil en entrée et en sortie du métier, le tissage réduit considérablement cette valeur c'est-à-dire que le fil est dégradé le long du processus. Un autre facteur important est la torsion du fil. En effet, la comparaison du comportement des trois fils montre que la torsion aide à maintenir la rigidité du fil pendant le tissage. Une valeur de torsion optimale est nécessaire pour que le fil résiste aux tensions et aux frottements lors du procédé de tissage, tout en obtenant les meilleures propriétés mécaniques à l'échelle composite.

Pour le tissu écru, le comportement de l'étoupe Y2 reste relativement inchangé dans les deux directions. Le premier traitement post-tissage étudié est le désencollage et le séchage. Après ce traitement, les propriétés mécaniques des fils ont été considérablement réduites surtout dans la direction trame avec une perte allant jusqu'à 73 % de module (E2). La tension exercée sur la trame lors du passage du tissu dans la rame explique cette dégradation. L'ignifugation, quant à elle, réduit la résistance en traction du fil avec une chute de la force. En effet, après le désencollage et le séchage, le fil se dégrade encore en passant dans le foulard. Finalement, avec le calandrage d'un tissu désencollé séché, on obtient la même perte des propriétés mécaniques mais cette fois dans les deux directions. La compression entre deux calandres a changé les propriétés en surface du tissu, et par conséquent du fil.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Ces fonctionnalisations du tissu conduisent à une dégradation des performances mécaniques à l'échelle fil. Il serait donc intéressant d'envisager d'autres méthodes d'élaboration ou produits moins agressifs sur le tissu.

En procédant avec la même approche expérimentale, on poursuivra la même série de caractérisation à l'échelle tissu et composite, afin de comparer ces tendances dans une caractérisation multi-échelle.

Références

[1] J. Mussig, K. Haag. « The use of flax fibres as reinforcements in composites». Hochschule Bremen – University of Applied Sciences Germany. DOI : 10.1533/9781782421276.1.35

[2] N. Martin, P. Davies, C. Baley. «Comparison of the properties of scutched flax and flax tow for composite material reinforcement». Industrial Crops and Products, Vol. 61, pp. 284–292, 2014.

[3] R.P. Lord. «Hand Book of Yarn Production». The Textile institute, manchester, pp. 185–211, 2003

[4] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, M. Skrifvars. «Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications». Applied Composite Materials, pp. 199–215, 2006.

[5] I.A. Elhawary. «Chapter 9 – Fibre to Yarn: Staple-Yarn Spinning». Textiles and Fashion : Materials, Design and Technology, Chapter 9, pp. 191–212, 2015.

[6] J. Wilson. «Fibres, yarns and fabrics: fundamental principles for the textile designer». Textile Design Principles, Advances and Applications : A volume in Woodhead Publishing Series in Textiles, pp. 3–30, 2011

[7] R. Alagirusamy, A. Das. «Chapter 8 – Conversion of Fibre to Yarn: An Overview». Textiles and Fashion : Materials, Design and Technology, Chapter 8, pp. 159–189, 2015

[8] D. Weidmann. «Technologies des textiles : De la fibre à l'article». 2e édition, Dunod, Paris, 2012

[9] M. Dallel. «Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil». Thèse, Université de Haute Alsace - Mulhouse,2012.

[10] CELC. www.mastersoflinen.com

[11] M.F. Pucci, P.J. Liotier,D. Seveno, C. Fuentes, A.V. Vuure, S. Drapier. «Wetting and swelling property modifications of elementary flax fibres and their effects on the Liquid, Composite Moulding process». Composites,Part A, 2017, DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.02.028

[12] M. F. Pucci, P.J. Liotier, S. Drapier. «Capillary effects on flax fibers – Modification and characterization of the wetting dynamics». Composites Part A, Vol.77, pp.257-265, 2015

[13] NF EN 12751 : Textiles - Échantillonnage des fibres, des fils et des étoffes en vue des essais. AFNOR, Novembre 1999

[14] ISO 139 : Textiles — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai, 2005

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[15] NF EN ISO 2060 : Textiles - Fils sur enroulements - Détermination de la masse linéique (masse par unité de longueur) par la méthode de l'écheveau. AFNOR, Juin 1995

[16] S. Goutianos, T. Peijs. «The optimization of flax fibre yarns for the development of high-performance natural fibre composites». Advanced Composite Letters, Vol.13, pp. 199-215, 2003.

[17] J. Baets, D. Plastria, J. Ivens and I. Verpoest. «Determination of the optimal flax fibre preparation for use in unidirectional flax–epoxy composites». Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol.33, pp. 493–502, 2014.

[18] 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, Vol.33(7), pp. 687-696, 2014

[19] J. Moothoo, S. Allaoui, P. Ouagne, D. Soulat. « A study of the tensile behaviour of flax tows and their potential for composite processing». Materials and Design, Vol. 55, pp.764-72, 2014

[20] L. Zhang, M. Miao. « Commingled natural fibre/polypropylene wrap spun yarns for structured thermoplastic composites ». Composite Science of Technology, Vol.70, pp.130–135, 2010

[21] F. Bensadoun. « In-service behaviour of Flax fibre reinforced composites for high performance applications». Phd-Thesis of Faculty of Engineering Science, KU Leuven, July 2016

[22] 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, Vol. 47(4), pp. 425-36, 2013

[23] ISO 2061: Textiles – Détermination de la torsion des fils – Méthode par comptage direct, Septembre 2015

[24] 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, Vol.82, pp. 253–266, 2016.

[25] B. Vermeulen. «Etude des fibres et tissus, enduits ou non, de Polyéthylène haute performance Caractérisation -Mise en oeuvre - Propriétés». Thèse, Université des Sciences et Technologies de Lille, 1997.

[26] G.K. Tyagi. «Chapter 5 – Yarn structure and properties from different spinning tech-niques». Advances in yarn spinning technology, Number 99, pp. 119–154, 2010

[27] X. Wang, W. Huang, X.B. Huang. « A study on the formation of yarn hairiness ». Journal of Textile Institute, Vol.90(4), pp. 555–569, 1999

[28] H. Stalder. « High performance ring spinning ». Melliand Textilber, Vol.72, pp. 245–247, 1991

[29] ISO 2062 : Textiles – Fils sur enroulements – Détermination de la force de rupture et de l'allongement à la rupture des fils individuels à l'aide d'un appareil d'essai à vi-tesse constante d'allongement, Janvier 2010

[30] 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, Vol.84, pp. 228-235, 2016.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[31] A. Belaadi, M. Bourchak, H. Aouici. «Mechanical properties of vegetal yarn: Statistical approach». Composites Part B, Vol.106, pp.139-153, 2016

[32] J. Moothoo. «Analyse de la faisabilité d'éco-conception de pièces composites à base de ressources renouvelables pour applications médicales». Thèse, Université d'Orléans, 2013.

[33] E. Capelle. «Conception et fabrication de renforts tissés à base de fibres de lin pour la réalisation de pièces composites à géométries complexes». Thèse, Université d'Orléans, 2015.

[34] M. Lefebvre, F. Boussu, and D. C. «Influence of high-performance yarns degradation inside three-dimensional warp interlock fabric» Journal of Industrial Textile, Vol. 42, pp. 475–488, 2013.

[35] J. Vilfayeau. «Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériaux composites». Thèse, INSA de Lyon, 2014.

[36] S. Chapple, R. Anandjiwala. «Flammability of natural fiber-reinforced composites and strategies for fire retardancy: A review». Journal of Thermoplastic Composite Materials, Vol.3(6), pp.871–89, 2010

[37] S. Duquesne, F. Samyn, P. Ouagne, S. Bourbigot. « Flame retardancy and mechanical properties of flax reinforced woven for composite applications». Journal of Industrial Textiles, pp. 1-17, 2013

[38] A.K.R. Choudhury. «Chapter 5 – Advances in the finishing of silk fabrics». Advances in Silk Science and Technology, Chapter 5, pp. 81–110, 2015

[39] Site de MEMOtextile Chapitre. Procédés

[40] R. Alagirusamy, A. Das. «Chapter 3 – Fundamental principles of open end yarn spin-ning». Advances in yarn spinning technology, Number 99, pp. 79–101, 2010

[41] N. Kundu. « Friction spinning for technical textiles: an overview ». Indian Textile Journal 122, pp. 71, 2012

[42] N. Bernet, V. Michaud, P.E. Bourban, J.A.E. Manson. « Commingled yarn composite for rapid processing of complex shapes». Composites Part A, Vol. 32, pp. 1613-1626, 2001.

[43] M. Ferreira, S. Bourbigot, X. Flambard, B. Vermeulen. « Interest of a compound yarn to improve fabric performance». Autex Research Journal, Vol.4, n°1, 2004.

[44] K.R. Salhotra. « An overview of spinning technologies: possibilities, application and limitations ». Indian Journal of Fibre & Textile Research, Vol.17(4), pp.255–262, 1992

[45] G. Manfred, KUM. Dipl-Ing. «Friction spun hybrid yarns for new textile prepregs in the fiber reinforced plastics sector». Technical Textiles, 39, 1996

[46] G. Manfred. «Industrial yarns: design and applications». Textile Technology International, 1989

[47] A. Chaudhuri, P K Majumdar. «Studies on the physical properties of Dref-III spunyarns by variation of machine parameters with Box and Behnken's 3×3 model». Indian Journal of Fibre & Textile Research, Vol. 39, pp. 163-171, 2014

[48] N. Balasubramanian. « Friction spinning – a critical review ». Indian Journal of Fibre & Textile Research 17, pp. 246-251, 1992

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

3 CARACTERISATION A L'ECHELLE TISSU

Les renforts, résultant de l'assemblage de fils, peuvent se présenter sous différentes architectures suivant les procédés de fabrication et l'orientation des fibres. A partir des fils caractérisés dans le chapitre précédent, différents types de tissus et de traitements ont été réalisés. Dans un premier temps, ces étoffes sont caractérisées métrologiquement (masse surfacique, épaisseur, perméabilité à l'air). Ensuite, dans la continuité des tests réalisés dans le chapitre 2 à l'échelle fil, ces renforts sont caractérisés en traction uniaxiale. L'objectif étant d'analyser ce comportement en traction en fonction des fils utilisés, mais également des traitements. Ce chapitre porte sur l'étude du comportement à l'échelle du renfort sec pour les fils de lin tissés en mettant l'accent sur le comportement mécanique des tissus et quasi-unidirectionnels.

3.1 Etat de l'art : Les renforts

3.1.1 Les architectures de renforts

Les renforts peuvent être classés selon différentes formes et selon leurs architectures (**Figure 3-1**). La position, l'orientation et l'alignement des fils définissent ces classifications. Outre l'architecture, il y a également les techniques d'élaboration des textiles qui diffèrent, les procédés les plus usuels sont le tissage, le tricotage et le tressage (**Figure 3-1**).

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

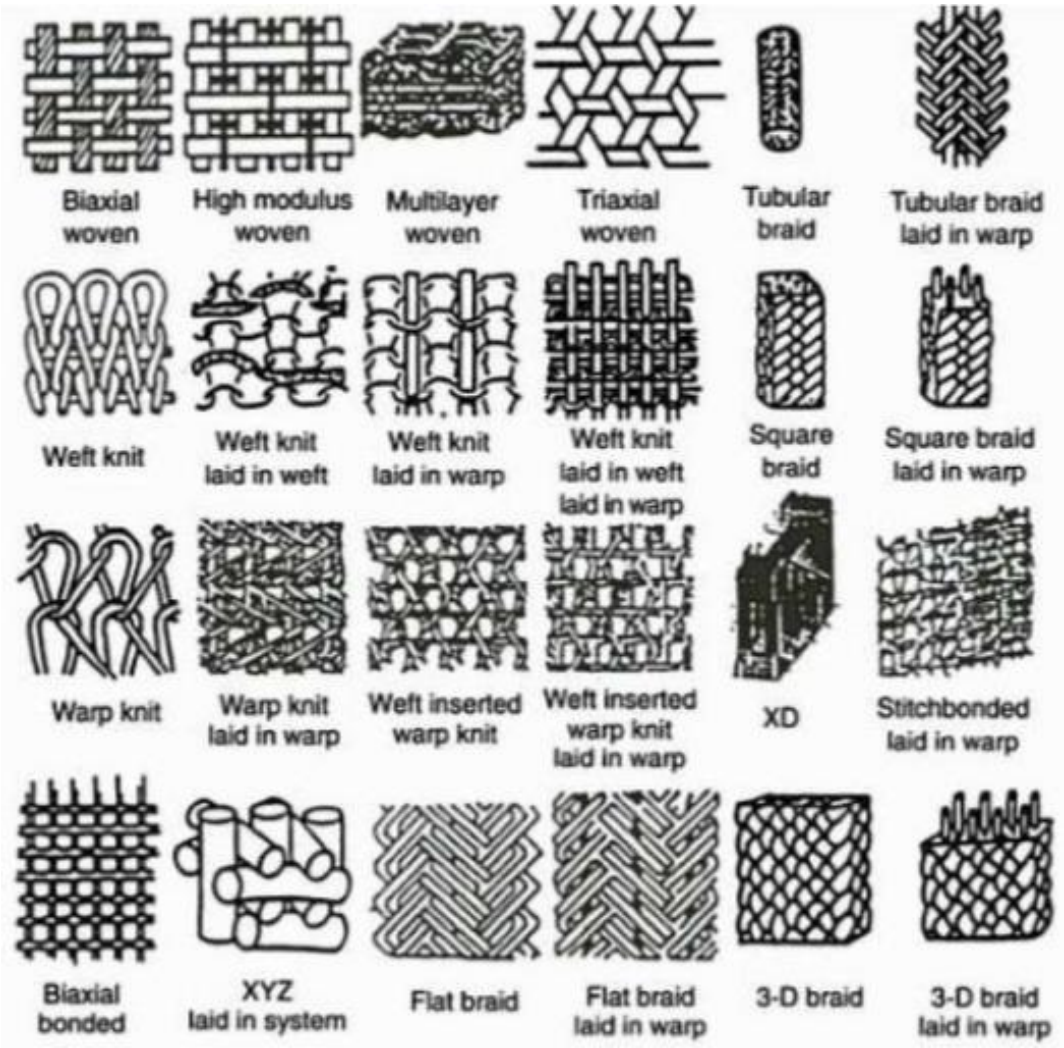


Figure 3-1: Gamme de renforts existante [1]

Différents procédés sont utilisés pour la réalisation des renforts techniques tels que le tissage, le tricotage, le tressage (**Figure 3-2**) [2-4].

- *Tissus 2D*

Les tissus bidimensionnels désignent les renforts où les fibres sont alignées selon le même plan de la structure suivant deux orientations distinctes. Ils sont obtenus par un procédé de tissage classique consistant à entrelacer deux ensembles de fils dans le sens de la longueur ou chaîne et en largeur ou trame [5]. Les étapes de tissage sont détaillées dans la section suivante. Ce type de renfort offre plusieurs avantages. En effet, le métier à tisser classique est fortement développé ce qui permet d'avoir une grande productivité tout en réduisant le coût de fabrication. De plus, l'entrecroisement des fils contribue à la stabilité du renfort lors de la manipulation et de la mise en œuvre. Cependant, les fortes sollicitations lors du tissage peuvent provoquer l'abrasion des fils et des ruptures de fibres ce qui réduit la résistance du renfort. L'entrecroisement entre les fils en chaîne et les fils en trame rend les tissus peu extensibles et relativement bloqués dans les deux directions.

- *Unidirectionnels*

Les renforts unidirectionnels sont des couches de mèches parallèles superposées selon une direction et une orientation spécifiques. Les fils ou mèches pour les UD sont souvent plats

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

ou avec une faible ondulation. Cela réduit les pertes de propriétés mécaniques dues à la torsion du fil pour le tissage classique : les composites à base d'UD offrent une résistance et une rigidité élevées en comparaison avec les tissus classiques, comme démontré par Curtis et Bishop [6]. Ces renforts sont fortement utilisés dans le domaine des matériaux composites étant donné qu'il est possible d'élaborer des pièces fortement sollicitées dans la direction des fibres.

- *Quasi-Unidirectionnels*

Les renforts quasi-unidirectionnels (quasi-UD) sont des renforts unidirectionnels où les fils (ou mèches) de renforcement sont maintenus selon une direction préférentielle grâce à un fil de liage de très faible densité (**Figure 3-2.**(a)). Ainsi les propriétés mécaniques dans la direction des fils de liage sont très négligeables. Ce type de renfort est utilisé pour remédier aux problèmes rencontrés lors de la réalisation des unidirectionnels.

- *Non Crimp Fabrics (NCFs)*

Dans les renforts NCF (**Figure 3-2.**(b)) les fils techniques sont alignés selon une orientation spécifique et empilés dans des couches successives sans créer d'ondulation au fil, ensuite le tricotage en chaîne est utilisé pour lier ces couches, en certains points, à l'aide d'un fil tricoté avec des aiguilles à tête pointue. Les empilements peuvent être sous différentes séquences d'orientation et de direction des mèches (fibres). Cette technique facilite la manipulation du renfort lors de la mise en œuvre du composite et réduit les difficultés et les pertes dues à la pose manuelle des couches pour l'empilement du matériau [7]. Les renforts NCF corrigent les déficiences des propriétés mécaniques dans le plan présentées avec la désorientation des fibres pour les renforts UD [8]. Cependant, l'insertion des aiguilles dans l'épaisseur peut provoquer un endommagement des fibres, un désalignement des fils autour de la boucle de la maille. Pour cette raison, les composites à base de renforts NCF possèdent des propriétés en compression et flexion inférieures à celles des composites stratifiés unidirectionnels [8,9]. L'étude du mécanisme de rupture montre que la présence des fils de tricotage conduit à l'amélioration de la résistance aux fractures inter-laminaires [10].

- *Tricots*

Les tricots (**Figure 3-2.**(c)) sont formés de boucles symétriques à partir d'un seul fil appelées mailles. Les mailles, avec leur forme de boucle, sont très déformables et étirables ce qui donne au tricot plus d'élasticité, de souplesse et donc de drapabilité en comparaison au tissu. Ce type de renfort est intéressant pour la réalisation des pièces de formes et courbures complexes sans former de défauts comme les plis [11]. En revanche, le tricot est moins rigide et résistant aux sollicitations mécaniques. En effet, plusieurs études expérimentales réalisées sur les composites contenants des renforts tricots montrent que leur performance mécanique dans le plan est nettement plus faible que celles des tissus 2D [12,13]. Néanmoins, il présente une déformation à la rupture meilleure que le reste des renforts (tissu 2D, UD et non tissé) à l'échelle composite [14].

- *Tresses*

Une tresse (**Figure 3-2.**(d)) est un entrelacement de plusieurs mèches ou fils dans un plan selon un angle appelé angle de tressage [15]. Contrairement aux renforts tissus 2D, la direction du fil dans la tresse peut être orientée à ± Θ°. Cette technologie permet la réalisation de structures tubulaires, par conséquent elle n'est pas adaptée pour les renforts

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

ayant des largeurs étendues. La présence des fils axiaux améliore les propriétés mécaniques en compression et en flexion suivant ces axes [7].

Tissus 3D : interlocks (**Figure 3-2.**(e)) sont des structures où des fils sont intégrés dans l'épaisseur pour renforcer les différentes couches de tissus. Ce type de tissu est utilisé pour palier au problème de délaminage en rassemblant différentes couches de la structure par un renforcement en épaisseur [16-18]. D'une manière générale, les fils dans le plan des tissus 3D sont orientés, comme les tissus 2D, dans les directions chaine (0°) et trame (90°). Plus récemment, plusieurs technologies sont développées pour fabriquer des renforts multiaxiaux 3D contenant des fils ayant d'autres orientations [19-21].

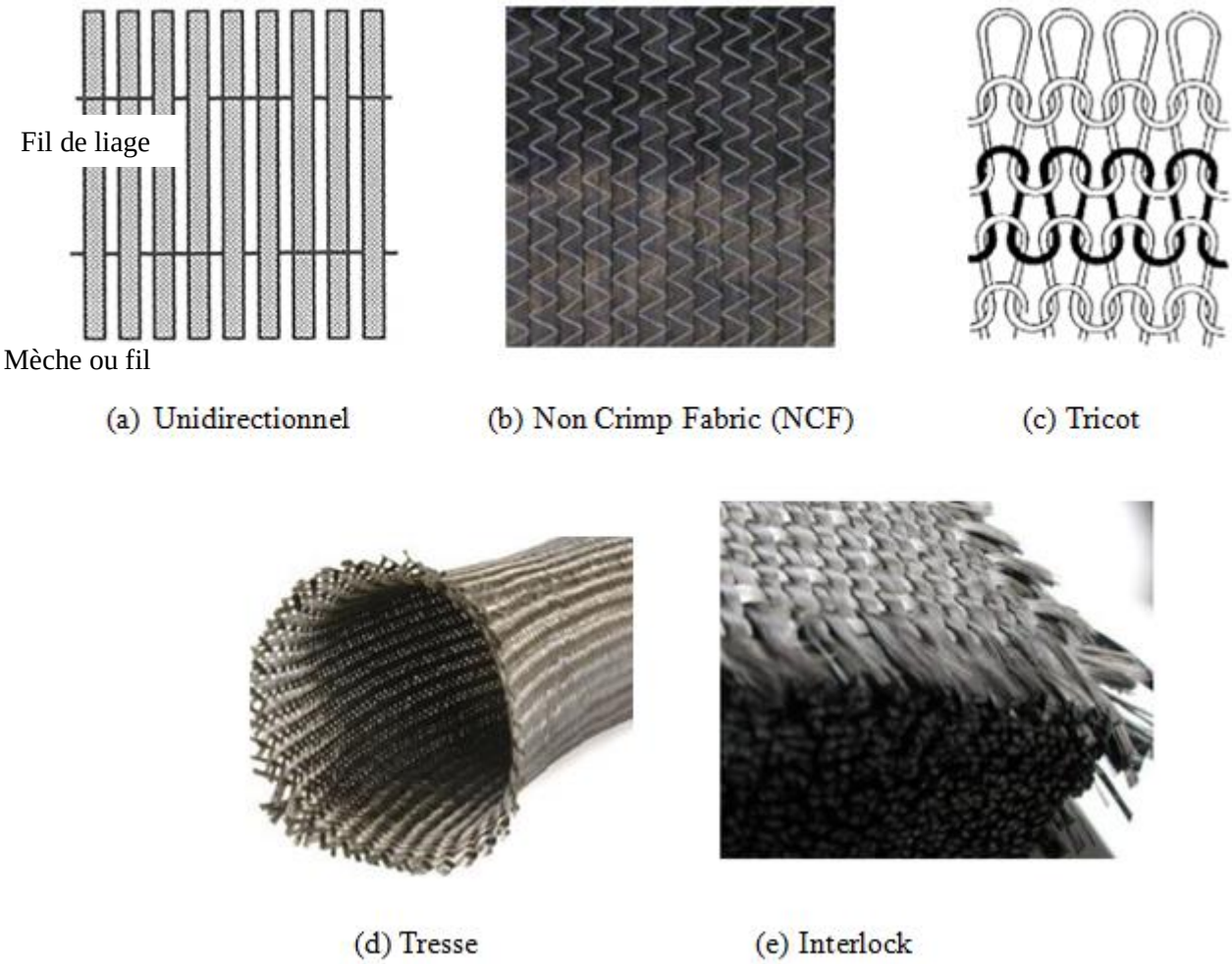


Figure 3-2: Renforts usuels pour des applications composites [22]

3.1.2 Eléments de l'état de l'art sur les renforts en fibres naturelles

Hormis quelques études [23-26], dans la littérature les caractéristiques mécaniques des renforts en fibres naturelles sont majoritairement analysées à l'échelle des composites. A l'échelle composite, les renforts textiles hautement alignés, tels que les tissus ou unidirectionnels, présentent des performances mécaniques considérablement meilleures que celles des renforts non tissés à orientation aléatoire [27,28]. Dans ce contexte, Goutianos et al. [29] ont constaté que l'utilisation des renforts tissus à la place des non tissés a conduit à l'augmentation de 3 à 4 fois les propriétés mécaniques et l'amélioration de la ténacité du composite. En utilisant une approche d'Ashby, Shah [30,31] a déduit que

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

les composites avec des renforts unidirectionnels fournissent en moyenne 2 à 20 fois de meilleurs propriétés en traction (absolues et spécifiques) que ceux renforcés par les non tissés. Bibo et al. [32] ont étudié trois architectures de renforts en fibres de verre mélangés avec une résine époxy: un NCF quasi-isotrope asymétrique, un unidirectionnel et un tissu satin. Le composite en satin présente une meilleure résistance au choc tandis que l'UD présente la plus grande zone de délaminage essentiellement due à sa faible résistance à la formation et à la propagation des fissures inter-laminaires. Le renfort NCF montre une amélioration de la résistance au choc avec une surface de délaminage plus faible. Ceci est dû à la présence du fil de couture en épaisseur combiné avec l'ondulation des fils qui obligent la propagation de la fissure à s'écarter. Plus généralement, les meilleures performances mécaniques des composites peuvent être obtenues lorsque les fibres, et ainsi les renforts, sont alignées parallèlement à la direction de la sollicitation [31,33-36]. Cependant, cet alignement est plus difficile à obtenir avec les fibres naturelles en comparaison avec les fibres synthétiques [37,38].

Les composites unidirectionnels à base de lin/PP présentent une rigidité élevée dans la direction longitudinale avec un module arrivant à 26 GPa et une contrainte en traction voisinant 300 MPa [39].

Bensadoun et al. [40] ont réalisé une étude comparative pour neuf architectures en fibres de lin et ayant des masses surfaciques différentes (non tissé, tissu toile, quasi-UD, UD…). Les composites fabriqués avec ces renforts et une résine époxy possèdent des modules de traction qui varient entre 7,3 GPa pour le renfort non tissé à 26 GPa pour les UD et la résistance en traction respectivement de 84 MPa à 249 MPa. Dans sa thèse, F. Bensadoun [41] détaille les résultats : les composites UD possèdent les meilleures performances mécaniques et, pour les différentes configurations de renforts tissus en lin d'armures toile ou sergé, les propriétés mécaniques en traction sont très proches avec une moyenne de 12,9 GPa. Les propriétés en flexion montrent que le renfort quasi-UD surpasse celles des composites en tissus avec une augmentation de la résistance et du module. Ceci peut être expliqué par une faible ondulation et mis-alignement des fils dans le quasi-UD qui retarde l'endommagement par le flambage lors de la flexion. Dans leur étude, Misnon et al. [42] ont montré que pour deux tissus en chanvre d'armure toile équilibré et possédant les mêmes propriétés (masse surfacique, titre des fils, compte de fils en chaine et en trame), la différence de la résistance mécanique et des modules de traction est négligeable. Concernant les composites en tissu de jute, Dhakal et al. [43] ont constaté que l'architecture de tissage ayant les points de croisement les plus élevés ainsi que l'armure utilisée, particulièrement la toile, conduit à une amélioration de la résistance au choc et une meilleure ténacité. Il existe encore quelques études de caractérisation des renforts tissés à base des fibres de lin mais la majorité est dédiée au préformage [23-25].

Les renforts de type non-tissés seront abordés au chapitre 6 et dans le cadre de ce chapitre 3, on se focalise sur les renforts tissés et quasi-UD.

3.1.3 Le Tissage

Il existe plusieurs types de renforts pour les applications techniques. Parmi ces technologies, le tissage est le plus utilisé où les fils, ou mèches, sont assemblés sur un métier à tisser et selon un motif prédéfini [11,44]. L'assemblage est fait par entrecroisement de deux séries de fils perpendiculaires avec les fils de chaine dans le sens longitudinal et les fils de trame dans le sens transversal. Comprendre les différentes étapes de tissage peut aider à anticiper les caractéristiques du tissu technique.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

3.1.3.1 Principe de fabrication

Avant de commencer le tissage proprement dit, il faut commencer par préparer les fils de chaine et de trame. La préparation de la chaîne commence par une étape de bobinage : à la sortie de la filature, les bobines de fils sont mises selon un ordre précis sur un support appelé cantre contenant plusieurs porte-bobines (voir **Figure 3-3**). Par la suite, les fils sont dévidés des bobines et enroulés parallèlement les uns aux autres sur un rouleau appelé ensouple (voir **Figure 3-5(a)**) selon la largeur finale du tissu souhaitée [2,11]. Cette opération est appelée l'ourdissage. Les fils sont ensuite trempés dans un bain contenant un produit de synthèse appelé colle pour les rigidifier dans le but d'augmenter leur résistance aux sollicitations subies au tissage. C'est l'encollage des fils. Comme indiqué sur la **Figure 3-4**, cette étape consiste à passer les fils ou mèches dans un bac à colle où ils sont complètement immergés avant d'être séchés par des passages à travers plusieurs rouleaux chauffés. Après l'encollage, les fils peuvent être placés directement sur une ensouple avant de passer au métier à tisser [45,46].

Figure 3-3: Principe du bobinage des fils de chaîne

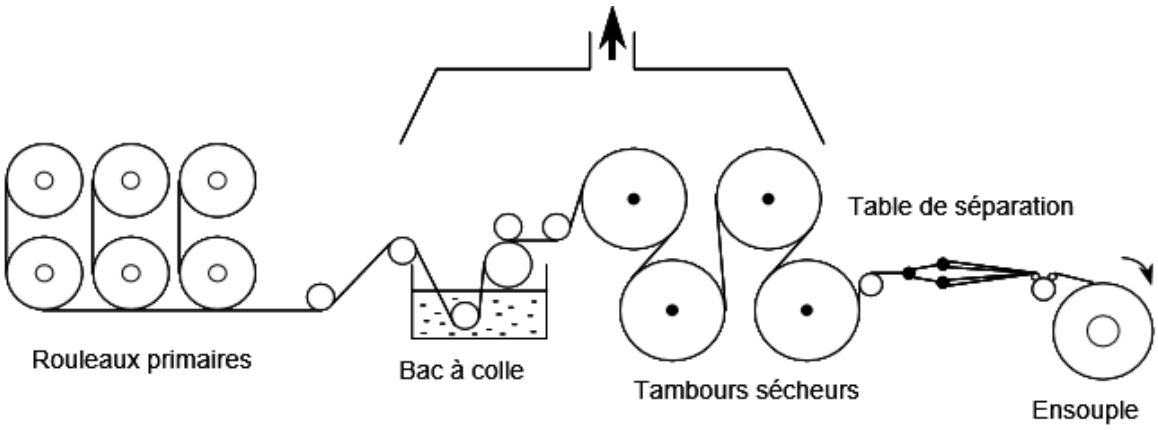


Figure 3-4: Principe de l'encollage [46]

Pour la direction trame, la préparation du fil n'est pas toujours nécessaire. En effet, pour les métiers à navette, le fil de trame, qu'on appelle aussi duite, est bobiné sur un support appelé canette et installé sur une navette qui projette le fil entre les fils de chaine, comme présenté sur la **Figure 3-6**. Pour le reste des métiers, le fil de trame est inséré directement à partir de la bobine en sortie de la filature. Le système d'insertion diffère selon le type de métier à tisser utilisé. Différents systèmes existent tels que les projectiles, les lances, insertion par jet d'air par jet d'eau [2,11].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Le principe du tissage est présenté sur la **Figure 3-5**. Les fils de chaine, disposés lors de la préparation sur l'ensouple, sont séparés en deux nappes. Ils sont insérés dans des tiges métalliques appelées lisse (voir **Figure 3-5(e)**), ensuite dans les dents du peigne (voir **Figure 3-5(c)**). Cette opération est appelée le rentrage. Les lisses sont installées sur des lames qui peuvent atteindre le nombre de 32 pour certains métiers à tisser. L'ensemble des deux lames (voir **Figure 3-5(e)**) constitue la mécanique de l'armure. Ce motif de l'armure permet d'effectuer la sélection responsable de la commande du mouvement de montée et de descente des nappes.

L'étape suivante est l'ouverture de la foule (voir **Figure 3-5(b)**), qui constitue l'espace entre les deux nappes, où un mouvement vertical est imposé pour que le fil de trame soit envoyé dans l'espace et délivré à l'autre extrémité de la machine (voir **Figure 3-5(d)**). L'insertion de la trame doit être faite en un minimum de temps, sans apport excessif de trame et en évitant la surtension. La trajectoire de la duite dans la foule dépend du type de vecteur utilisé. Finalement, un peigne oscillant se rabat sur le fil de trame, après chaque passage, pour le tasser entièrement contre la ligne de formation du tissu et pour créer l'entrecroisement des fils (voir **Figure 3-5**). Le tissu obtenu s'enroule au fur et à mesure du tissage (voir **Figure 3-5(f)**) [2,11,45].

Les différentes contraintes associées à l'insertion du fil de trame, sont lors de :

- Ouverture de la foule
- Hauteur de la foule et la tension appliquée sur la chaîne
- Empeignage
- Vitesse de transfert du fil de trame
- Matière première utilisée
- Largeur du métier à tisser
- Frappe du peigne (voir **Figure 3-5(c)**)

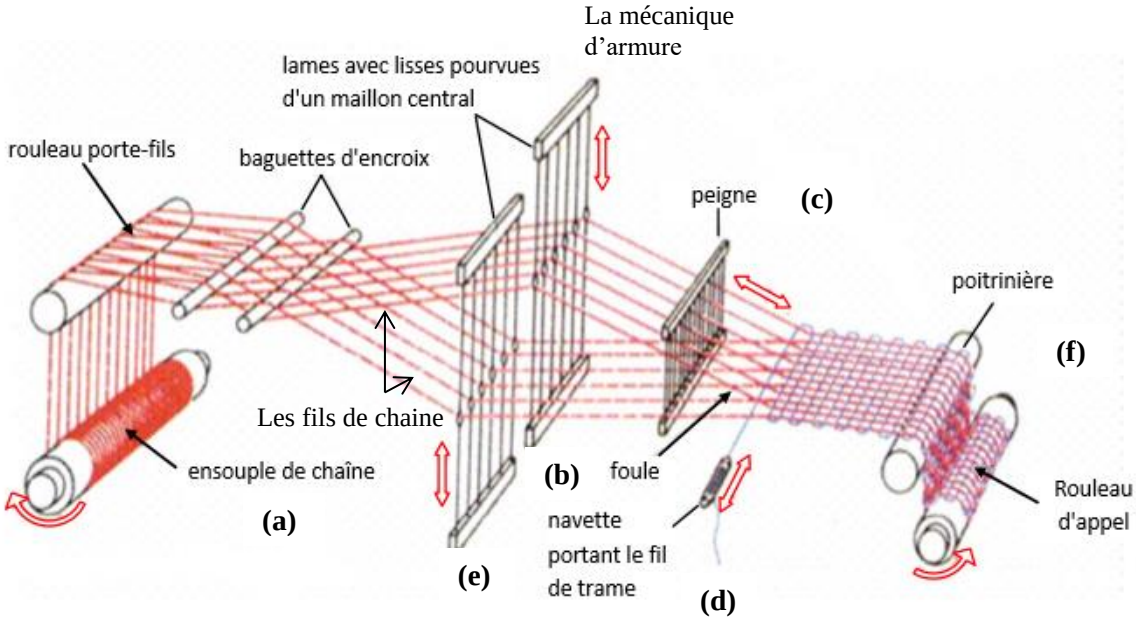


Figure 3-5: Principe d'un métier à tisser [2]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

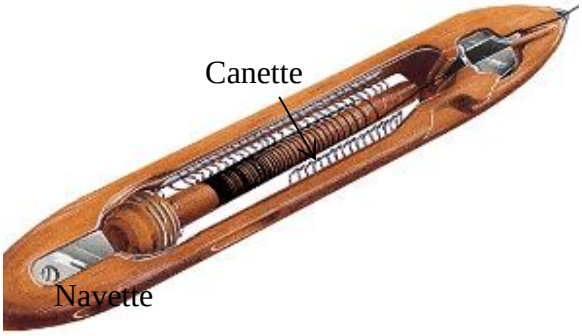


Figure 3-6: Schéma d'une navette de métier à tisser

Les diverses sollicitations exercées sur le fil lors du tissage (déroulement de l'ensouple, le bobinage, le rentrage, la frappe de peigne …) modifient les propriétés mécaniques des fils et donc du tissu quelle que soit la direction. Pour cette raison, l'étude expérimentale est réalisée dans les deux directions (chaîne et trame).

En somme, plusieurs paramètres entrent en jeu à l'échelle du tissu technique tels que :

- Métier à tisser utilisé
- L'armure : le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame
- Les fils : les caractéristiques des fils insérés en chaine et en trame (chapitre 2) : nature, titrage, torsion, et propriétés mécaniques
- La contexture : le nombre de fil par centimètre dans chaque direction (fils/cm)
- Les traitements pré ou post-tissage
- La masse surfacique

3.1.3.2 Métier à tisser

Comme nous l'avons vu, il existe différents types de métier à tisser selon le mode d'insertion de la trame :

- Métier à navette

Il s'agit du métier conventionnel où la trame est déposée par un vecteur unique porteur du fil appelé une navette (voir **Figure 3-6**). Ce type de métier est « pratiquement condamné à moyen terme » car moins productif mais indispensable pour des applications spécifiques telles que les tissus tubulaires étant donné que le mouvement du fil dans la navette est continu.

- Métier à lances

Les lances sont commandées de l'extérieur pour entrer dans la foule et tirer la trame. Contrairement à la navette, le fil de trame est tiré par la lance à travers la foule. En effet, le fil de trame, délivré par une bobine, est pris par une pince solidaire de la lance. La lance traverse la totalité ou la moitié de la foule par échange entre lances du fil (unilatérale ou bilatérale) entraînant ainsi le fil de trame vers l'autre extrémité de la machine avant la frappe du peigne. Le transfert du fil de trame peut être fait avec une lance unique ou deux lances (lances bilatérales), les lances peuvent être rigides ou souples, etc.

- Métier à projectiles

Le principe d'insertion du métier à projectiles est identique à celui à lances avec un fil de trame tiré par des « grands » ou « petits » projectiles à travers la foule. Un projectile est une pièce métallique de faibles dimensions contenant une pince dans laquelle est tenue l'extrémité de la duite. Les atouts de cette machine sont sa puissance étant donné qu'on

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

peut travailler avec une tension et un empeignage élevés. Par contre, les réglages et la manipulation de la machine sont très délicats.

- Métier à jet d'air ou à jet d'eau

Couramment appelées les machines à fluides, le fil de trame est entrainé par un jet d'air ou d'eau parallèlement au peigne et à travers la foule. La duite est entrainée par un jet d'air/d'eau émis par une buse latérale. La vitesse du jet et par conséquent du fil est très importante surtout à la sortie de la foule. Ces techniques permettent d'avoir une vitesse de passage de fil de trame qui peut atteindre 1000 coups à la minute.

Dans le consortium SINFONI, les renforts tissés ont été réalisés par le partenaire Eyraud, dont les métiers à tisser sont des métiers à lances décrits à la **Figure 3-7**.

Figure 3-7: Photos du métier à tisser utilisé (EYRAUD [47]) (métier à lances)

3.1.3.3 Armure

En considérant un tissu technique, il existe trois armures usuelles pour les applications dans le domaine des composites :

- Armure toile : c'est l'armure la plus simple avec un tissage alternant le fil ou la mèche de chaîne et le fil ou la mèche de trame avec décalage d'un fil à chaque passage (**Figure 3-8.a**). C'est une alternance entre des pris et des laissés ; un pris représente un fil de chaine qui passe au-dessus du fil de trame et un laissé est quand un fil de chaîne est en dessous du fil de trame. Dans cette armure, on a le même aspect sur les deux faces, il n'y pas d'effet de chaîne ou de trame, car le nombre de pris et de laissés sont égaux. Le tissu à base d'une armure toile est très rigide et solide étant donné qu'il n'y a pas de flottés.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- Armure sergé n × m : cette armure est définie par un tissage où le fil de trame passe successivement au-dessus de n puis en dessous de m fils de chaîne en se décalant d'un fil à chaque fois (**Figure 3-8.b**). La présence de flottés lui confère un effet sur la diagonale et contrairement à la toile les faces sont différentes et présentent un relief. Cette armure est utilisée surtout pour sa souplesse et sa déformabilité.
- Armure satin n : chaque fil de trame flotte sur n-1 fils de chaînes (**Figure 3-8.*c***). Il existe qu'un seul point d'accrochage entre fil de trame et fil de chaîne ce qui réduit l'effet de diagonale qui existe sur le sergé. La face d'endroit est différente de l'envers avec des grands flottés. Les flottés peuvent être dans le sens chaine ou trame. Cette armure est très souple, lisse avec un effet de brillant

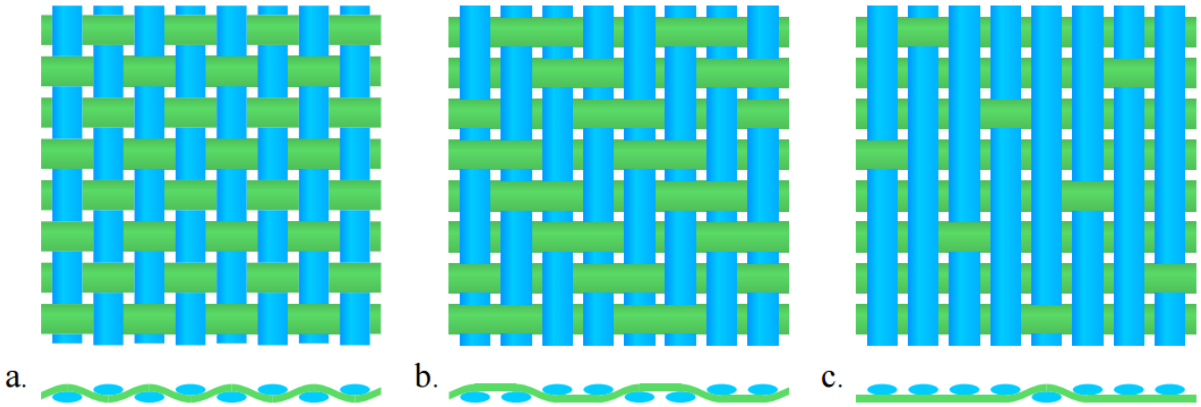


Figure 3-8: Armures usuelles pour tissu technique [48]
(a)Toile 1/1, (b)Sergé 2*2, (c)Satin 5

Quand le nombre de fil par cm est identique dans les deux directions, le tissu est appelé équilibré.

3.1.4 Les Traitements

Les tissus sont rarement utilisés directement à la sortie du métier. Différents traitements peuvent être opérés, plus particulièrement les prétraitements pour préparer le tissu tels que le désencollage, le carbonisage et le dégraissage. Un traitement est une finition temporaire sur le tissu qui peut être enlevée par le lavage et le séchage. Il peut être appliqué par des sollicitations physiques, mécaniques (le grattage, le gaufrage, le rasage…) ou chimiques (apprêts infeutrables, infroissables, hydrofuges, ignifugés…) afin de modifier l'aspect du tissu. Habituellement, les traitements sont utilisés pour améliorer la qualité ou l'apparence du tissu, sa texture, le toucher, le drapé et la résistance au plissement, aux taches ou au feu [49].

Les traitements utilisés dans cette étude sont des apprêts fonctionnels visant à améliorer la performance du tissu technique.

- *Désencollage et séchage:*

L'étape d'encollage est une étape importante pour la préparation des fils de chaîne avant le tissage (voir **Figure 3-4**). Comme expliqué précédemment, les fils sont enrobés par une colle qui a pour rôle d'améliorer la résistance à l'abrasion et la tenue des fils ainsi que diminuer les accrochages et la friction lors du tissage. Le taux d'encollage dépend des propriétés du fil utilisé : il augmente lorsque le titre et la pilosité augmente ou le compte en

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

chaine et la torsion du fil diminue [46]. D'une manière générale, l'encollage est réalisé à base d'une cire synthétique textile. Cependant, des gommes naturelles peuvent être utilisées comme un liant biosourcé qui permettent ensuite un désencollage par lavage plus facile et écologique.

Cependant, la présence de la colle sur le fil peut limiter l'imprégnation de la résine lors de la fabrication du composite. Donc, pour limiter le problème d'affinité entre la matrice et le renfort, une première étape de désencollage est nécessaire. Ce traitement consiste à faire un lavage avec de l'eau et du savon où les produits d'encollage sont éliminés suivi d'un passage dans une rame pour le séchage. Le lavage des étoffes tissées est réalisé avec un système Jigger où le tissu est entrainé au large, plusieurs fois, d'un rouleau à l'autre en passant par un bain de faible volume contenant l'eau chaude avec les produits lessiviels. Après ce cycle de lavage, le tissu est séché par traitement thermique sur une rame (voir **Figure 3-10**). La rame comporte deux chaines à picots qui permet de guider le tissu ainsi que régler sa largeur et sa vitesse d'entrainement sous les tunnels de séchage [11,45]. De même que l'échelle fil, les sollicitations thermiques et mécaniques, lors du lavage et du séchage, conduisent à un changement des propriétés mécaniques du tissu.

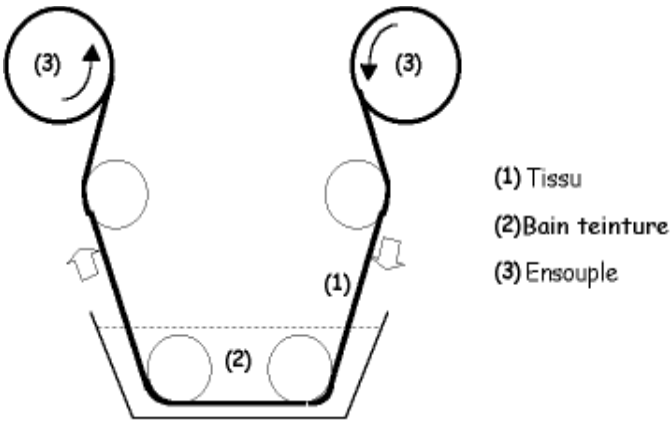


Figure 3-9: Principe du système Jigger [50]

Figure 3-10: Séchage du tissu par un passage en rame [45]

En plus de ces traitements post-tissage, les apprêts mécaniques et chimiques sont très sollicités pour la fonctionnalisation des renforts selon les demandes industrielles. Dans cette étude, des traitements de calandrage et d'ignifugation ont été appliqués.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- *Calandrage*

Le calandrage est un apprêt de finition souvent utilisé post-teinture afin de conférer aux tissus une présentation et un aspect fini correct. En effet, il améliore son apparence et son toucher.

Il s'agit d'un traitement thermique sur rame, c'est une machine qui comporte plusieurs tunnels qui vont permettre le séchage et le thermofixage des tissus. Pour guider le tissu, la rame comporte deux chaines à picots qui règlent la largeur de traitement et qui assurent l'alimentation et la vitesse d'avance de l'étoffe sous les tunnels de vaporisage et de séchage. Le tissu est maintenu le long de la laize afin d'éviter des défauts tels que les faux plis. Pour les matières naturelles, la température usuelle pour fixer le tissu est de l'ordre de 150-160°C. A la sortie, les pièces sont enroulées [11]. Le calandrage est un traitement mécanique utilisé principalement pour améliorer l'apparence et le toucher du tissu. Le tissu passe entre les rouleaux d'une calandre à une vitesse déterminée et à une pression et température indiquées. La compression et le chauffage exercés au cours du calandrage rendent la surface du tissu aplatie, lisse et brillante [49].

- *Ignifugation*

Notre gamme de renforts en fibres de lin est utilisée pour des applications techniques dans le domaine du transport où des hautes propriétés sont requises telles que la résistance au feu. Cependant, le lin est hautement inflammable donc pour satisfaire les recommandations des différentes normes, un traitement d'ignifugation est nécessaire pour empêcher la combustion ou d'en ralentir la vitesse de propagation. Ce traitement est une finition chimique appliqué au tissu par foulardage d'une solution ignifuge (chapitre 2). Le foulardage permet une application en surface tout en maitrisant la quantité de produit appliquée par contrôle des rouleaux expérimentaux. Rare sont les études qui traitent l'effet de l'application du traitement d'ignifugation sur les renforts biosourcés, particulièrement sous forme sèche. Duquesne et al. [51] ont démontré, lors d'une étude sur l'effet de traitement anti feu sur des tissus en lin, que le préformage des tissus traités selon des géométries complexes peut être réalisé étant donné qu'ils possèdent une rigidité en flexion et en cisaillement élevée. Néanmoins, ils ont observé une perte de la résistance en traction du tissu dû à la dégradation de celle du fil.

Plus généralement, pour les renforts en fibres naturelles, il existe d'autres traitements appliqués sur la fibre, fil ou tissu avant d'améliorer les performances mécaniques à l'échelle composite. Par exemple plusieurs travaux sont consacrés aux traitements chimiques limitant l'effet de l'absorption de l'humidité des renforts en fibres végétales [52-56]. Il existe aussi des traitements chimiques qui ont pour but d'améliorer l'adhésion fibre/ matrice comme ceux présentés par Zhou et al. [57].

3.2 La gamme de renforts utilisées

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'échelle des renforts. Pour poursuivre le plan d'expérience, différents tissus et quasi-UD ont été réalisés par le partenaire EYRAUD [47] à partir des trois types de fils préalablement étudiés dans le chapitre 2 (Y1,Y2 et Y3).

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

3.2.1 Tissu

Nous disposons d'un premier lot de tissus en armure toile 1/1 avec différents traitements. Dans cette gamme, l'influence de la direction de tissage ainsi que les traitements sont étudiés sur le comportement mécanique en traction à l'échelle des renforts tissés.

Pour ce lot, un tissu en toile noté TI, avec le même fil étoupe Y2 inséré en trame et en chaîne, a été utilisé, les densités (contextures) en chaine et trame sont identiques. Les différentes caractéristiques des tissus sont détaillées sur le **Tableau 3-1**.

Le tissu, noté TI4-Ecru est pris comme échantillon de référence. C'est un tissu brut à la sortie de métier à tisser (voir **Figure 3-11**).

Les premiers traitements étudiés sont le désencollage et le séchage. Initialement, l'encollage a été fait directement sur les fils avec du Colmethyl P400 à une concentration entre 2 à 5%. Cette colle s'élimine avec un lavage à l'eau chaude (entre 80-85°C) et un mouillant détergent. On obtient alors un tissu désencollé séché noté TI1-DS.

En deuxième lieu, un traitement d'ignifugation est appliqué au tissu désencollé séché, afin d'améliorer la tenue au feu (TI2-DSI). L'ignifugation a été réalisée par foulardage en surface de solution ignifuge. A la sortie du foulard, le séchage est effectué à des températures comprises entre 120-160°C selon les consignes du produit.

Ensuite, un deuxième traitement mécanique est effectué : le calandrage. Il est appliqué sur un tissu désencollé séché TI3-DSC.

Tableau 3-1. Caractéristiques des tissus traités

Renfort	Armure	Traitement	Fil en Chaine et en Trame	Contexture (fil/cm)
TI1-Y2-DS	Toile 1/1	Désencollé Séché	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9
TI2-Y2-DSI	Toile 1/1	Désencollé Séché Ignifugé	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9
TI3-Y2-DSC	Toile 1/1	Désencollé Séché Calandré	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9
TI4-Y2-Ecru	Toile 1/1	Ecru	Y2 Etoupe 105 tex	Chaine = 11 Trame = 9

3.2.2 Quasi-UD

Dans cette gamme, on a choisi des renforts quasi-UD réalisés avec une armure de sergé 2/2 et le même fil de liage de lin blanchi en chaîne de 26 tex mais différents fils en trame (Y1, Y2 et Y3). Les caractéristiques des renforts secs sont présentées sur le **Tableau 3-2** et sur la **Figure 3-11**. Pour les quasi-UD, aucun traitement n'a été utilisé. La direction préférentielle où les fils sont insérés est la direction de la trame. Dans la direction chaîne, il n'y a que le fil de liage à faible densité pour cette raison la résistance dans cette direction est très faible voire négligeable. Notons que les densités diffèrent très légèrement.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 3-2. Caractéristiques des renforts quasi-UD

Renfort	Armure	Chaine : fil / titre	Trame : fil / titre	Contexture (fil/cm)
UD1-Y1-LB9.5	Quasi-UD Sergé 2/2	Lin blanchi 26 tex	LB-9,7 105	Chaine = 13 Trame = 18
UD2-Y2-E9.5	Quasi-UD Sergé 2/2	Lin blanchi 26 tex	E-9,5 105	Chaine = 13 Trame = 19
UD3-Y3-ROV1050	Quasi-UD Sergé 2/2	Lin blanchi 26 tex	Roving-1050 105	Chaine = 13 Trame = 17,4

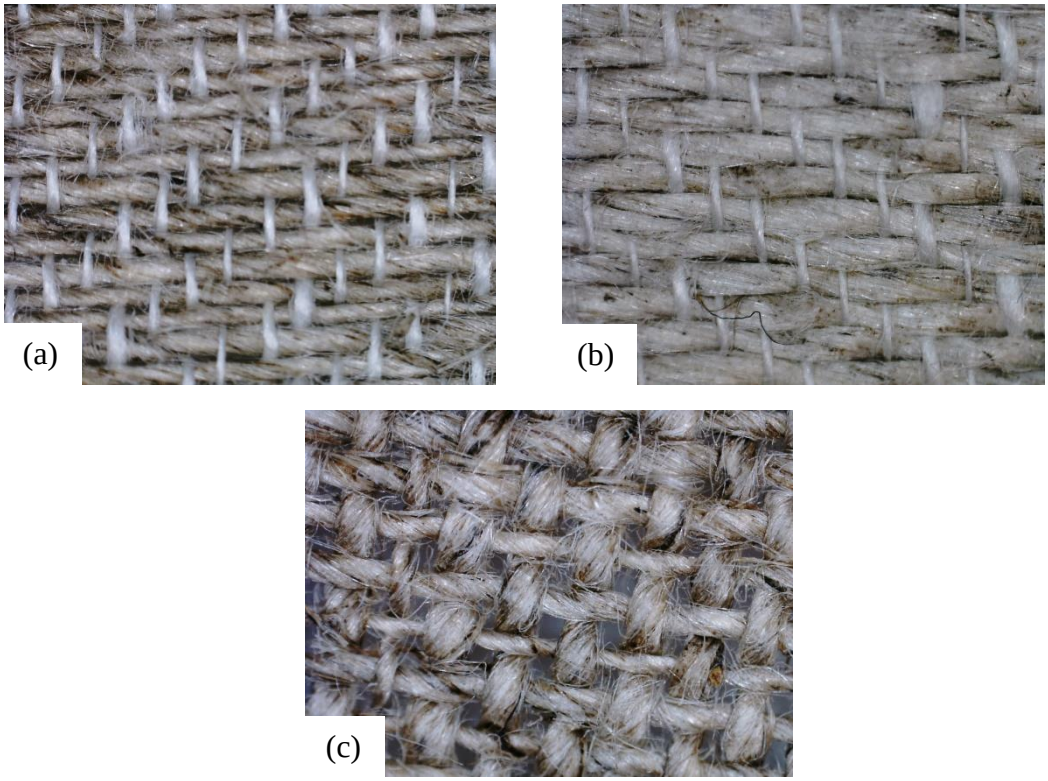


Figure 3-11: Exemples de gammes de renforts utilisées : (a) UD2-Y2-E9.5, (b) UD3-Y3-ROV1050, (c) TI4-Y2-Ecru

3.3 Résultats expérimentaux

Le renfort fibreux est caractérisé par plusieurs paramètres tels que l'armure, la contexture, la masse surfacique, la perméabilité à l'air et les propriétés mécaniques. La détermination des propriétés des renforts secs est basée sur une caractérisation métrologique et une caractérisation mécanique en traction. La caractérisation a été faite suivant les normes et les équipements indiqués au **Tableau 3-3**. Etant donné leur caractère naturel, les renforts ont été conditionnés à une température de 20 ± 2°C et une humidité relative HR% de 65 ± 2 % pour au moins 48 h selon la norme ISO 139 [58].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 3-3. Tests de caractérisation renfort

Test	Norme	Equipement	Nb d'éprouvettes	Conditions de l'essai
Epaisseur	NF EN ISO 5084 [59]	Pied presseur Sodemat	5 essais	Pression : 1 kPa
Masse surfacique	ISO 3374 [60]	Emporte-pièce	5 essais	Dim. éprouvette : 1 dm²
Densité linéique		Compte-fils		
Perméabilité à l'air	NF EN ISO 9237[61]	Textest	5 essais	Pression : 200 Pa Dim : 20 cm²
Traction uniaxiale	NF EN ISO 13 934-1[62]	Banc de traction MTS Cellule de force de 10 kN	5 essais/ direction	Dim.éprouvette : 300*50 mm² Long. entre les mors : 200mm Vitesse essai : 100 mm/mn

3.3.1 Variation de la masse surfacique et de l'épaisseur

Les résultats des mesures de masse surfacique et d'épaisseur sont présentés au **Tableau 3-4** et la comparaison entre les renforts est présentée sur la **Figure 3-12**.

En isolant la série TI des tissus traités, on observe que la masse surfacique varie selon le traitement exercé. En effet, en prenant le tissu TI4-Ecru comme tissu de référence, les masses surfaciques des tissus TI1 et TI3 diminuent légèrement à l'issue des étapes de désencollage et séchage (une perte de masse maximum de 3%), tout en restant dans l'intervalle de l'écart-type. Pour le tissu TI2, une augmentation de la masse surfacique par rapport au tissu écru est observée (augmentation de 9%). Cette différence est due à l'ajout du produit ignifuge sur le tissu. Pour l'épaisseur, la différence est négligeable entre le tissu TI1-DS et TI2-DSI cependant l'épaisseur du tissu écru TI4 est plus élevée. La présence de la colle mise sur le fil lors de l'encollage explique ce phénomène. De même, l'épaisseur de l'échantillon TI3 est nettement plus faible que les autres : le calandrage appliqué (pression sur le tissu) a réduit l'épaisseur du tissu désencollé séché de 27%.

Pour la série quasi-UD, l'UD2 à base de fil étoupe présente une masse surfacique supérieure à celles de l'UD1 et l'UD3 (augmentation maximale de 13%) (Voir **Figure 3-12**). Cette différence de masse surfacique est due à la contexture du fil car l'augmentation du nombre de fil en trame pour l'UD2 (19 fils/cm) influence significativement sur le poids final de l'échantillon (soit ~ 100 fils de plus par échantillon mesuré). En revanche, la variation de l'épaisseur est plus remarquable avec l'UD3. Ceci peut être expliqué par la présence de roving qui a tendance à s'aplatir quand une pression est exercée (avec un pied presseur à 1 kPa). En tenant compte de l'écart-type, on remarque que le coefficient de variation (masse surfacique et épaisseur) est faible pour l'UD1.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 3-4. Caractéristiques des renforts testés

Renfort	Masse surfacique (g/m²)	Epaisseur (mm)	Perméabilité à l'air (L/m²/s)
TI1-Y2-DS	217,2 ± 4,8	0,56 ± 0,01	2374 ± 147
TI2-Y2-DSI	243,8 ± 2,7	0,58 ± 0,04	2211 ± 172
TI3-Y2-DSC	220,9 ± 3,1	0,41 ± 0,09	1046 ± 44
TI4-Y2-Ecru	223,6 ± 5,5	0,66 ± 0,01	3417 ± 150
UD1-Y1-LB9.5	214,7 ± 0,8	0,58 ± 0,01	2325 ± 145
UD2-Y2-E9.5	247,8 ± 3,6	0,64 ± 0,01	1296 ± 151
UD3-Y3-ROV1050	217,8 ± 3,5	0,52 ± 0,02	689 ± 18

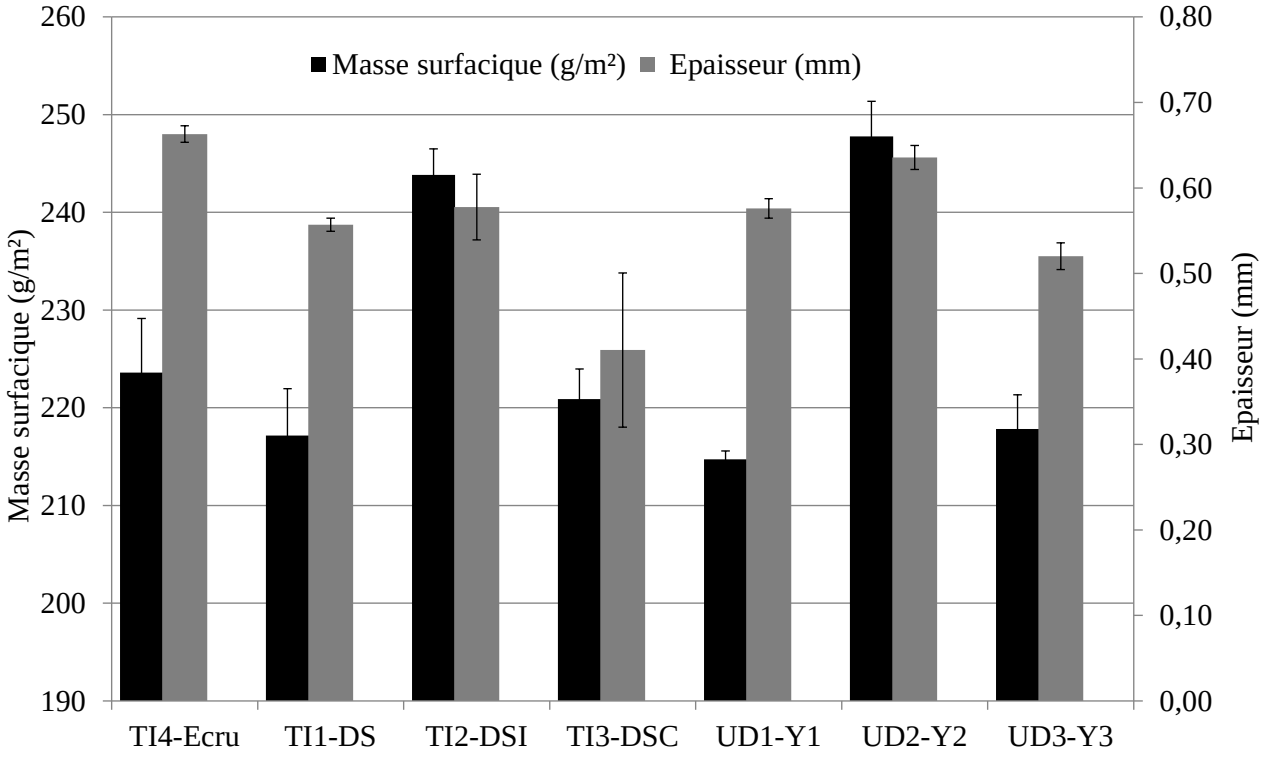


Figure 3-12: Variation de la masse surfacique et de l'épaisseur en fonction de la gamme de renforts

3.3.2 Variation de la perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air est mesurée à partir de la différence entre un flux d'air qui traverse l'échantillon et le vide. Elle est mesurée en L/m/s². Les résultats sont détaillés sur le **Tableau 3-4** et la variation entre les différentes gammes est présentée sur la **Figure 3-13**.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

En comparant en premier temps les tissus traités, le calandrage entraîne une diminution de la perméabilité à l'air de l'échantillon. En effet, le calandrage a été utilisé dans le but de compresser le tissu, et ainsi augmenter sa densité. En revanche, le tissu écru possède une haute perméabilité : les fils sont encollés dans le tissu écru résultant en l'absence de pilosité du fil et donc pas de colmatage des pores. En outre, il est intéressant de remarquer que l'évolution de la perméabilité à l'air est proportionnelle à celle de l'épaisseur. Les résultats du tissu calandré montrent qu'une diminution de l'épaisseur, tout en gardant la masse surfacique, entraîne une diminution de la perméabilité à l'air.

En second temps, les résultats des quasi-UD montrent que le type de fil influence significativement la perméabilité du renfort. En comparant l'évolution de la perméabilité à l'air, la diminution de ce paramètre entre UD1 et UD3 est caractéristique : sous pression la densité du renfort à base de roving est plus élevée que celle avec des fils longs brins. Dans le quasi-UD, les rovings peuvent se déformer et s'aplatir plus, créant ainsi des points de cohésion et augmentant la densité du renfort contrairement au fil tordu possédant moins d'espace de liberté. Pour cette série, il est intéressant de noter que l'influence de la masse surfacique et l'épaisseur sont négligeable par rapport au type de fil.

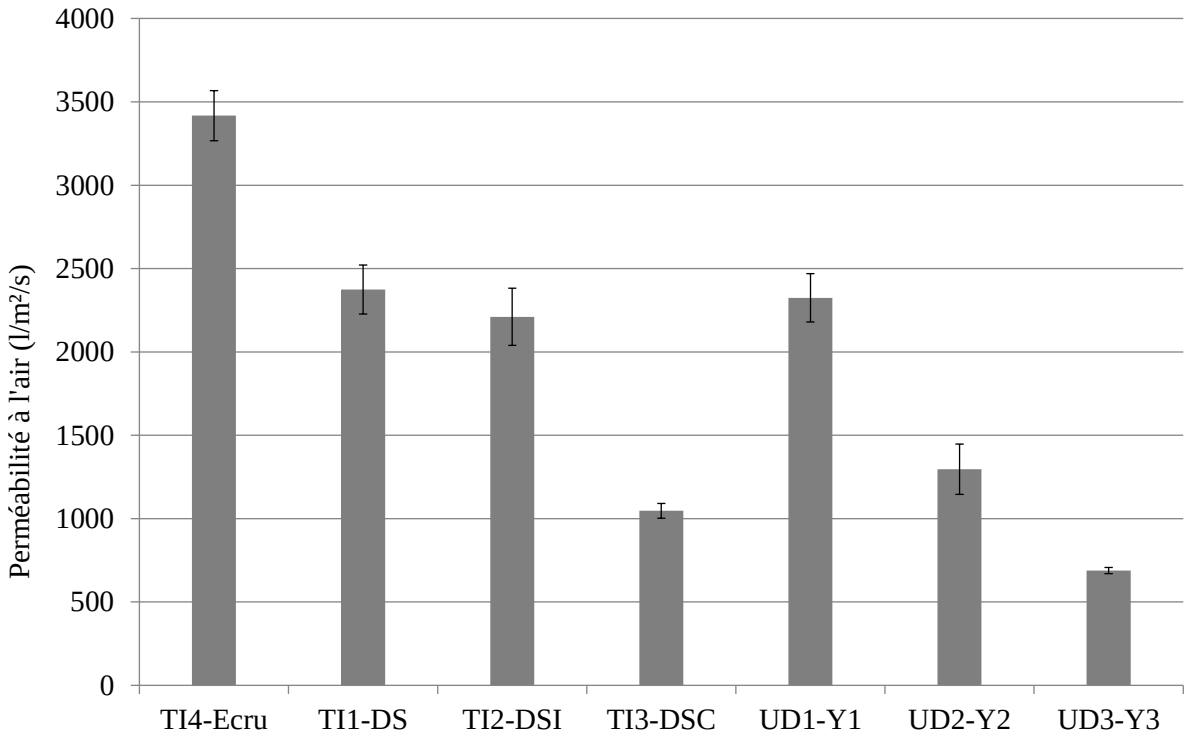


Figure 3-13: Variation de la perméabilité à l'air en fonction de la gamme de renforts

3.3.3 Propriétés mécaniques en traction uni axiale : analyse de la variabilité au sein du même échantillon

Une caractérisation mécanique des tissus en traction simple est effectuée suivant la norme standard NF EN ISO 13 934-1[62] (protocole rappelé **Tableau 3-3**). Afin de s'assurer qu'il n'y a pas de glissement du tissu dans les mors, deux lignes ont été tracées sur chaque tissu à l'extrémité de chaque mors (voir **Figure 3-14**).

La caractérisation mécanique des tissus est réalisée dans les deux directions (chaîne et trame) où la force et la déformation maximales sont mesurées. Cette caractérisation est

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

réalisée dans le but d'étudier l'influence des paramètres de tissage ainsi que la variabilité des fibres de lin sur les propriétés mécaniques d'un renfort. La **Figure 3-14** montre l'évolution d'un échantillon de l'état initial, l'état intermédiaire à l'état final (exemple UD2-Y2-E9.5). Il a été vérifié lors des essais de traction qu'il n'y a pas de glissement entre les mors et que les ruptures ne se font pas aux extrémités des mors.

Etat initial 2% Déformation 4% Déformation

Figure 3-14: Evolution d'un renfort quasi-UD (UD2) lors d'un essai de traction sens trame

Dans la littérature, la réponse d'un tissu en traction simple est décomposée en 2 mécanismes présentés sur la **Figure 3-14** [45,63]. Tout d'abord, une première partie non linéaire associée à l'alignement des fils dans le motif de tissage dans la direction de la charge. Cette phase est caractérisée par une très faible augmentation de la force par rapport à la déformation.

Ce premier mécanisme est provoqué par la désondulation issue de l'embuvage généré par l'entrelacement des fils dans le réseau. En effet, les fils s'alignent suivant l'axe de sollicitation et grâce à la contrainte appliquée au cours de l'essai. Cette première partie peut être plus au moins importante selon l'armure du renfort et le rapport de déformation appliqué entre les deux directions dans le cas d'essais de traction bi-axiale [23,64-66]. L'extension des fils apparaît dans la deuxième partie de la courbe. En traction uniaxiale, la largeur du tissu diminue considérablement (**Figure 3-14**). Dans cette phase, l'armure est complètement bloquée donc la résistance mécanique du tissu dépend entièrement de celle du fil (et de la densité de fils). Dans cette partie, l'évolution est linéaire et la force en traction augmente rapidement jusqu'à la rupture du fil. Il est intéressant de noter que dans le cas d'une traction sur un fil seul, la partie linéaire commence directement au début de l'essai étant donné qu'il est dans la direction de la sollicitation. La comparaison entre les réponses en traction d'une mèche et d'un tissu montre l'existence de ce temps de réarrangement des fils dans l'armure contrairement au comportement en traction de la mèche seule (**Figure 3-14**).

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

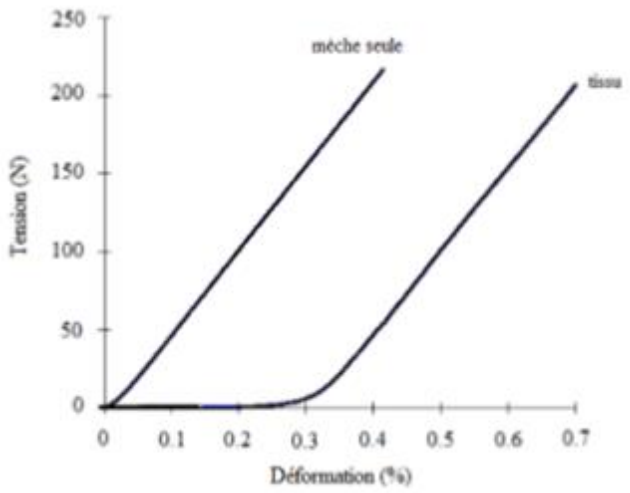


Figure 3-15: Exemple de comparaison entre les réponses d'une mèche et d'un tissu en carbone après une sollicitation en traction uni-axiale [63]

3.3.3.1 Propriétés mécaniques : analyse de la variabilité au sein du même échantillon

En effectuant les essais sur les tissus (exemple TI3-DSC), on remarque à la **Figure 3-16** que les courbes suivent la même allure et que la variabilité au sein du même échantillon est faible. L'intervalle de confiance est défini à 95% pour l'échantillonnage des valeurs mesurées. Ce taux de confiance correspond aux normes de notre lot. Le même constat est observé pour la série de quasi-UD (voir **Figure 3-17**). Afin de faciliter la lecture, les courbes seront présentées par une courbe moyenne où les différents écart-types sont inclus sur le graphe. De plus, étant donné que les renforts possèdent différentes contextures (nombre de fil/cm), la réponse en traction a été reportée par unité de force/fil afin de pouvoir comparer les renforts.

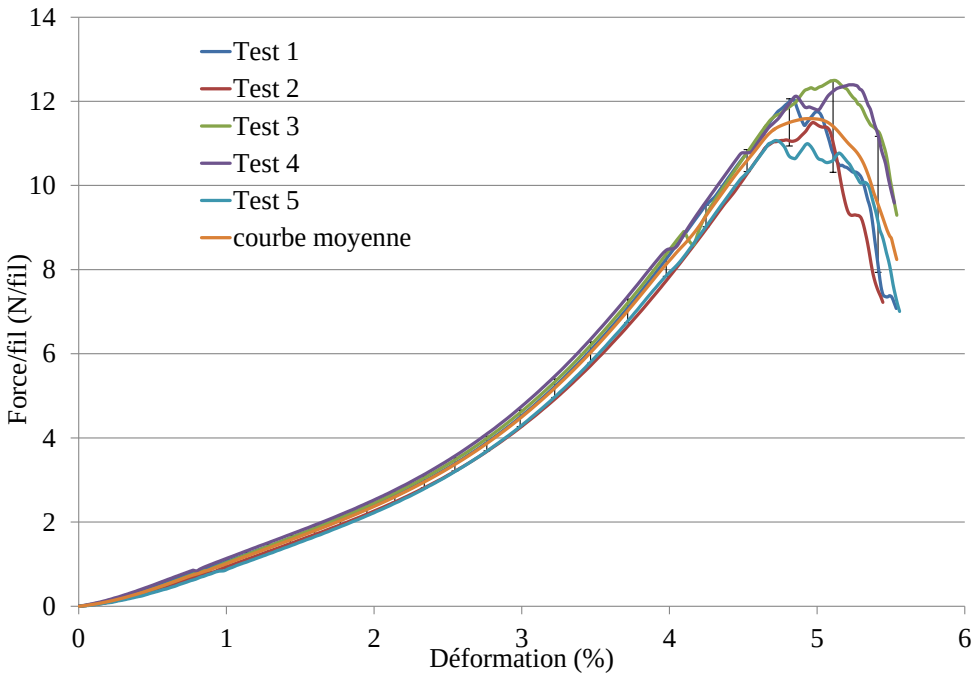


Figure 3-16: Exemple de courbes de traction du tissu TI3-DSC dans la direction chaine (courbe moyenne et écart-type)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

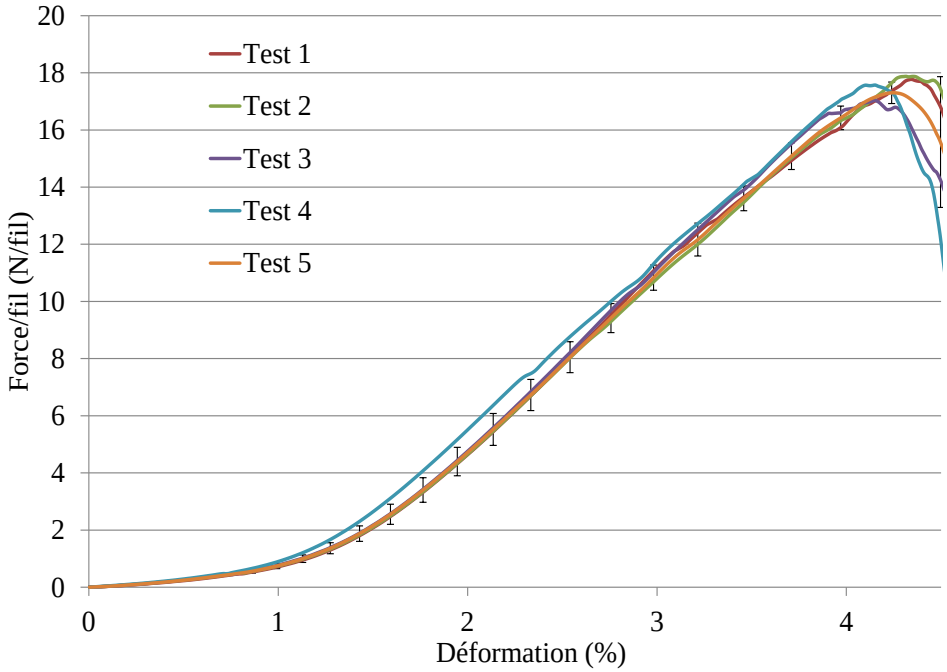


Figure 3-17: Exemple de courbes de traction quasi-UD UD2-Y2-E9.5 dans la direction trame (courbe moyenne et écart-type)

3.3.3.2 Effet du traitement sur les renforts dans les deux directions

La réponse en traction uni-axiale des tissus traités dans les deux directions est représentée sur la **Figure 3-18**. L'allure des courbes permet d'observer l'évolution des caractéristiques mécaniques des tissus selon le traitement subi. Le tissu écru TI4 se distingue nettement du reste de la série et dans les deux directions. Ce tissu constitue notre tissu témoin ou de référence, n'ayant subi aucun traitement. Les résultats montrent que l'allongement à la rupture en sens chaîne est plus important qu'en sens trame. Pour ce tissu toile écru, les valeurs d'effort maximal relevées dans la direction chaine sont inférieures à celles dans la direction trame. En dépit du fait que le même type de fil (Y2-E9.5) est introduit dans les deux directions, l'effort maximum chute de 15,8 ± 0,7 N/fil en trame à 10,7 ± 0,5 N/fil en chaîne. N'ayant subi aucun traitement, cette différence peut être expliquée par le procédé de tissage. En effet, les différentes sollicitations et traitements entre les fils de chaîne et les différents organes du métier à tisser (ensouple, lisse, peigne…) dégradent l'encollage qui assure la cohésion des fibres et par conséquent leur propriétés mécaniques. Réciproquement, les fils en trame conservent de meilleurs propriétés au cours du tissage étant donné qu'ils sont moins sollicités. Pour les autres tissus traités (TI1, TI2 et TI3), l'effet de la direction dans le tissage est moins important, en termes d'effort maximal, les valeurs moyennes étant proches, de 12,2 N/fil avec un CV% de 4,6% en chaîne et de 12,3 N/fil avec un CV% de 7,1% en trame.

En outre, l'effet du désencollage et séchage est predominant dans ce lot. Ces traitements consistent à passer le tissu à travers une rame tout en le maintenant par les lisières. Par conséquent, cette sollicitation est exercée, surtout sur les fils en trame, sous le poids propre du tissu mouillé dans le bain de lavage et lors de son passage en rame. Ainsi, les fils en trame subissent une importante déformation modifiant la structure et leur réarrangement dans le tissu. On peut observer un palier nettement plus important pour les tissus TI1, TI2 et TI3 dans le sens trame correspondant à l'alignement des fils dans le tissu et la mobilité de l'armure. Le passage par le tambour et la rame modifie donc considérablement le motif

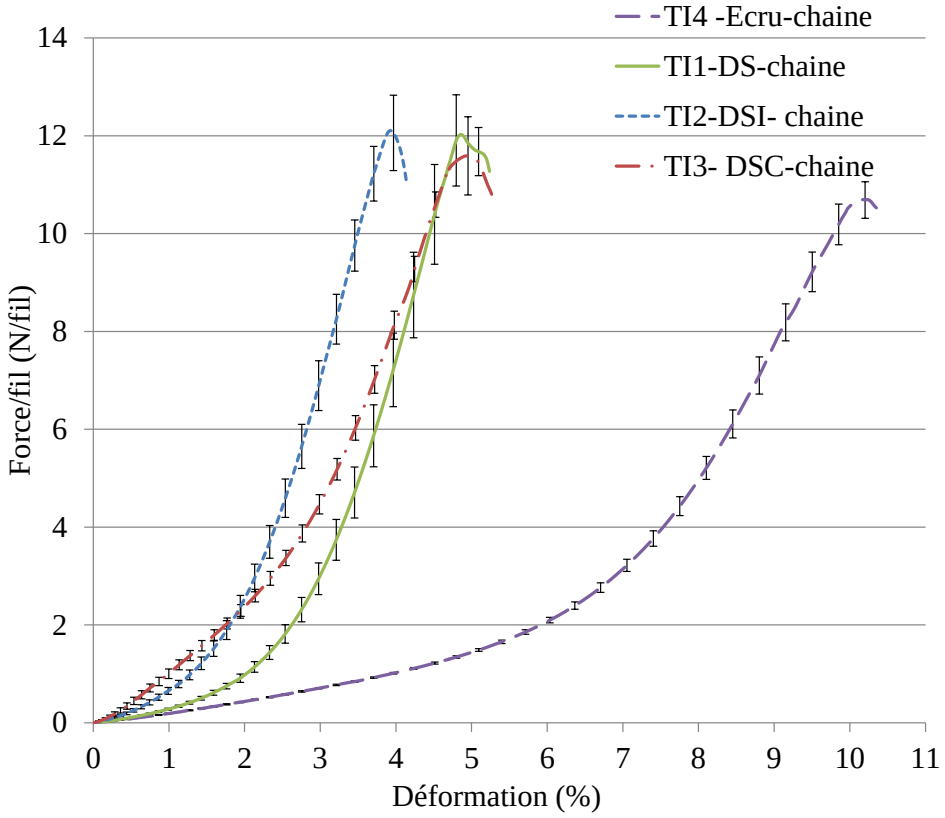
© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

initial du tissage et par conséquent les propriétés mécaniques du tissu. Les propriétés en traction des tissus désencollés et séchés (TI1, TI2, TI3) en effort/fil diminuent également en moyenne de 20% par rapport à celles de l'écru (TI4) dans le sens trame mais elles restent proches dans la direction de la chaîne.

Pour les trois tissus TI1, TI2 et TI3, les valeurs d'effort maximal à rupture et la déformation correspondante sont équivalentes, en prenant en compte l'écart-type moyen. Par ailleurs, les comportements des tissus désencollés séchés sans et avec le traitement d'ignifugation (TI1-DS et TI2-DSI) se rapprochent : l'allure de la courbe est identique dans les deux directions mais la première partie non-linéaire de la courbe est légèrement plus faible pour le TI2 donc l'armure est d'avantage bloquée en rajoutant l'ignifugation. L'étape de foulardage peut expliquer cette modification

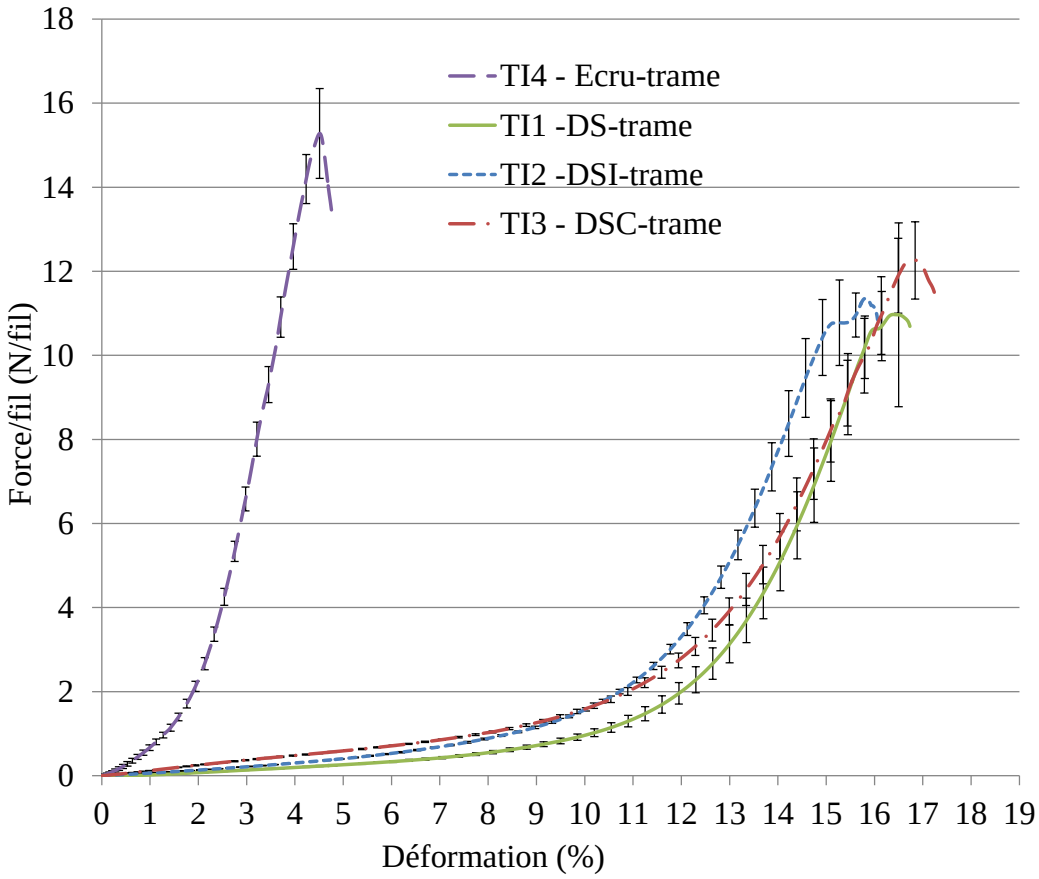
Pour le calandrage, le changement de comportement est observé dans la direction chaîne : l'évolution de la courbe du TI3 est différente avec une augmentation rapide de la valeur de l'effort dès le début du test contrairement au tissu TI1. En prenant en compte les caractéristiques métrologiques trouvées précédemment, le tissu est compressé et aplatit, ainsi la cohésion entre les fils augmente dans la structure ce qui explique cette augmentation de rigidité. Le tissu adopte ainsi une position d'équilibre et les fils sont sollicités rapidement en traction uni-axiale.

On peut conclure que l'effet du désencollage et du séchage est prédominant dans la modification du comportement mécanique du tissu causant une réduction des caractéristiques mécaniques dans la direction trame. De même, le calandrage entraîne un réarrangement du motif du tissu ce qui provoque un changement de la rigidité en traction du tissu plus visible dans la direction chaîne.



(a)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(b)

Figure 3-18: Courbes de traction Effort/fil en fonction de la déformation des renforts tissés : (a) en chaine, (b) en trame

3.3.3.3 Effet du type de fil sur les renforts quasi-UD

Les courbes d'effort par fil en fonction de la déformation des trois quasi-UD dans la direction de la trame sont représentées sur la **Figure 3-19**. Les fils de renforcement étant dans la direction trame, seules les courbes dans cette direction seront présentées pour les quasi-UD. Les courbes présentent la même allure décomposée en deux parties : une première partie non linéaire présentant l'alignement des fils dans la direction de la charge et une deuxième partie linéaire où la force de traction augmente rapidement. Comparativement aux renforts UD1 et UD3, le renfort UD2 présente un effort maximal en traction plus faible et une déformation associée plus élevée. Ce quasi-UD, à base du fil étoupe (Y2), possède une rigidité en traction plus faible. De plus, on remarque que la partie non linéaire est plus importante c'est à dire que le temps d'alignement du motif, conduisant au réarrangement des fils est plus lent. Ceci peut expliquer la valeur de la déformation plus élevée pour l'UD2. Le renfort UD1 présente une meilleure résistance mécanique du à la présence de fil long brin tordu.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

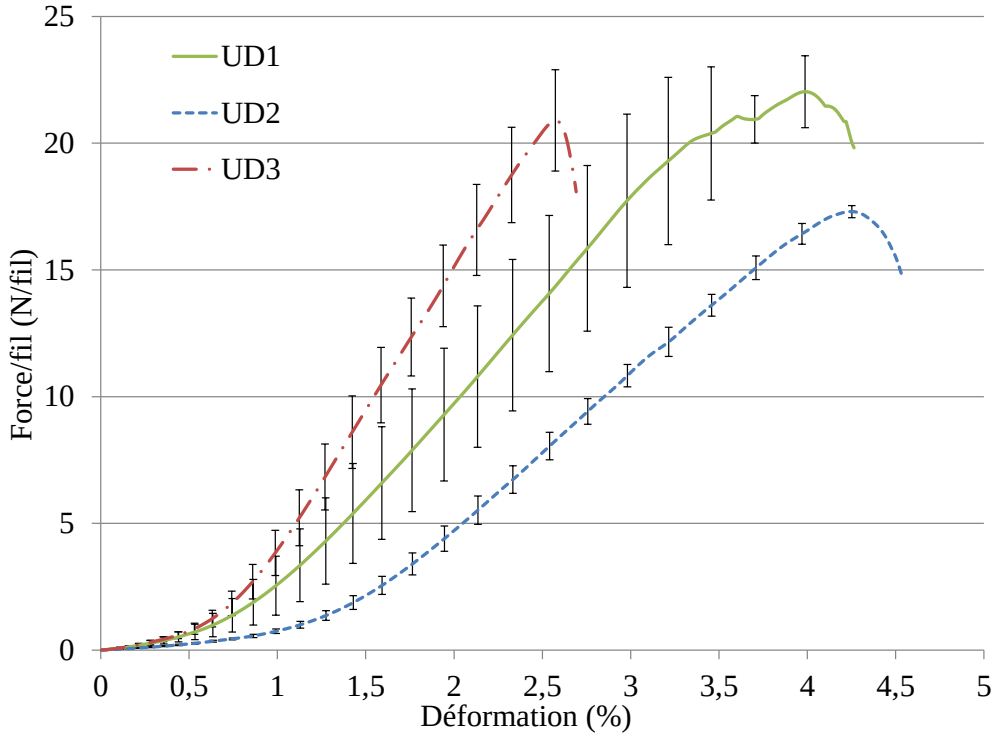
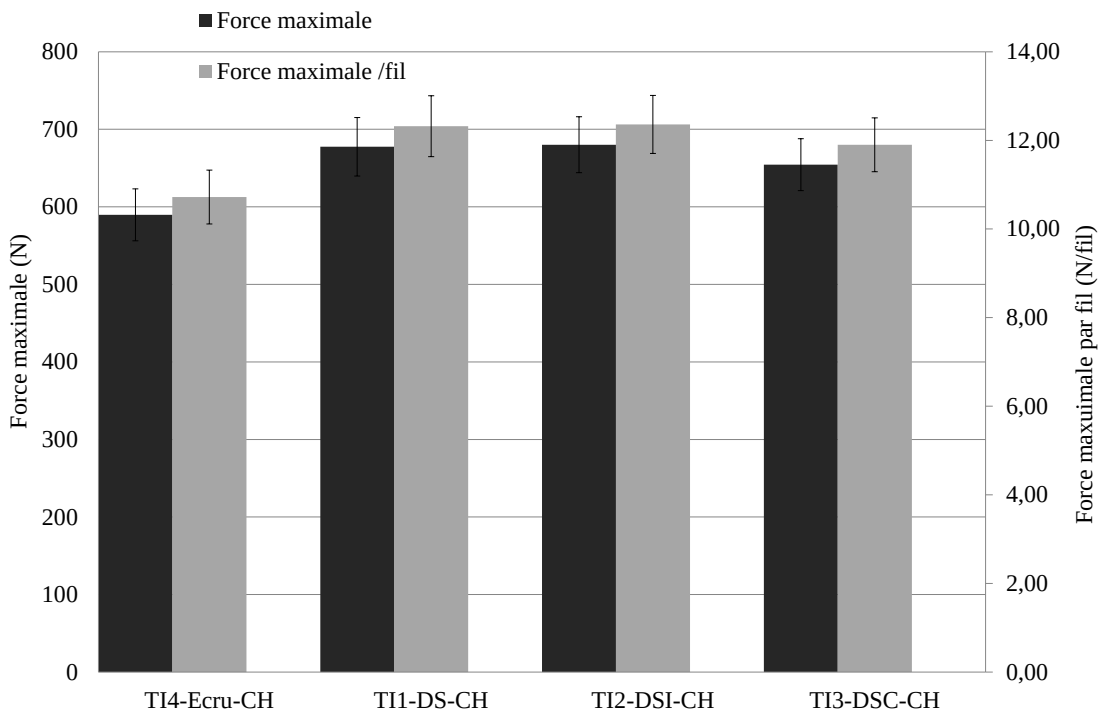


Figure 3-19: Courbes de traction en effort/fil en fonction de la déformation des renforts quasi-UD dans la direction trame

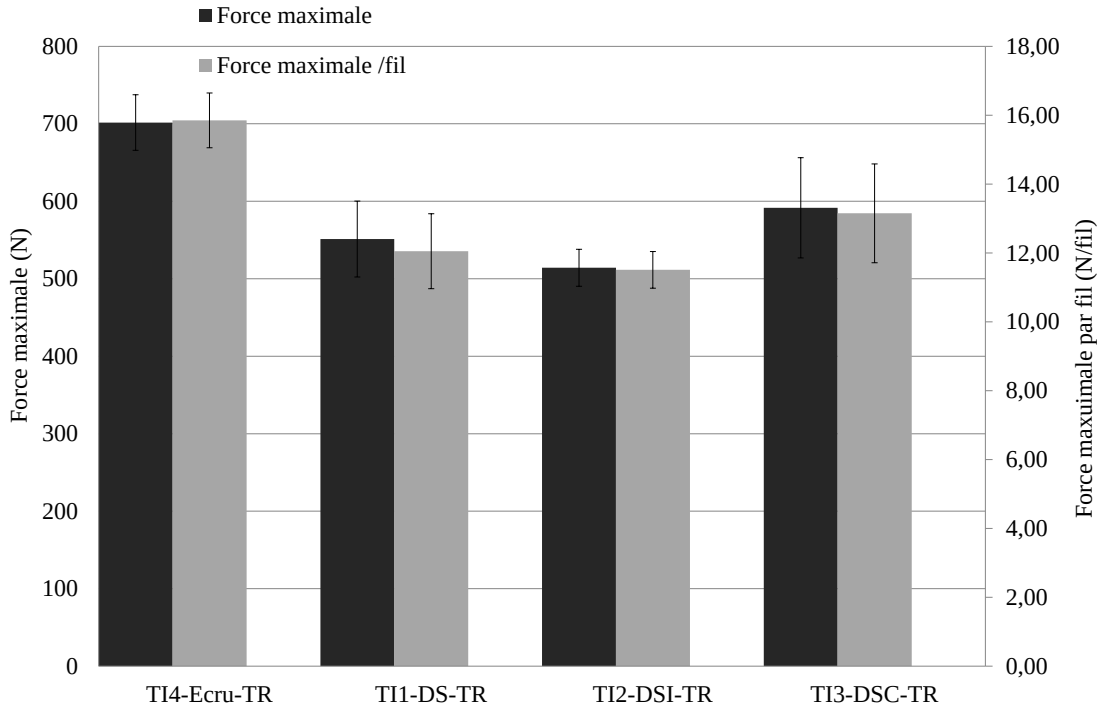
3.4 Analyse intra-échelle: comparaison des propriétés mécaniques entre les différents tissus et UD

On reporte aux **Figure 3-20** et **Figure 3-21** les valeurs maximales des efforts, effort par fil et déformation de la gamme de tissus traités en directions chaine et trame. Dans la direction chaine, une légère augmentation de la force maximale est remarquée après le désencollage. Cependant, la déformation diminue de plus de 50% du tissu écru aux tissus traités. En trame, le procédé de désencollage est à l'origine de la diminution de la résistance en traction, très visible avec le tissu TI1-DS. Pour la déformation à effort maximal, une augmentation importante est observée après le procédé de désencollage en comparaison avec le tissu écru TI4. Ainsi, en terme de déformation, le traitement de désencollage et de séchage, inverse la tendance du tissu qui devient très déformable en trame et plus rigide en chaine par rapport à l'écru. Ce phénomène est causé par le maintien du tissu par la laize pendant le passage à chaud en rame. Ce qui peut expliquer aussi la perte de résistance mécanique en trame. En revanche, la comparaison entre les différents traitements n'est pas très concluante étant donné que l'effet du premier traitement (DS) est dominant.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



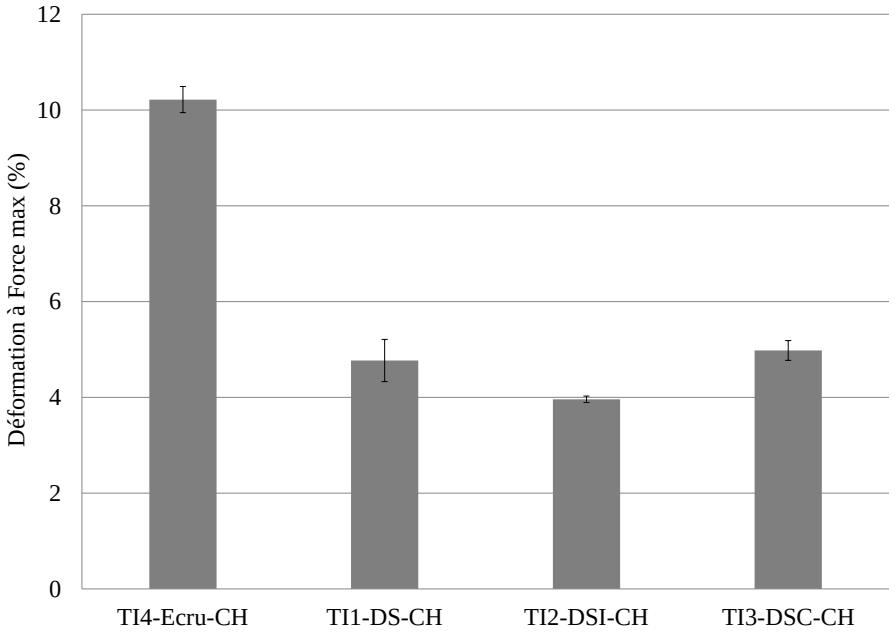
(a) Chaine



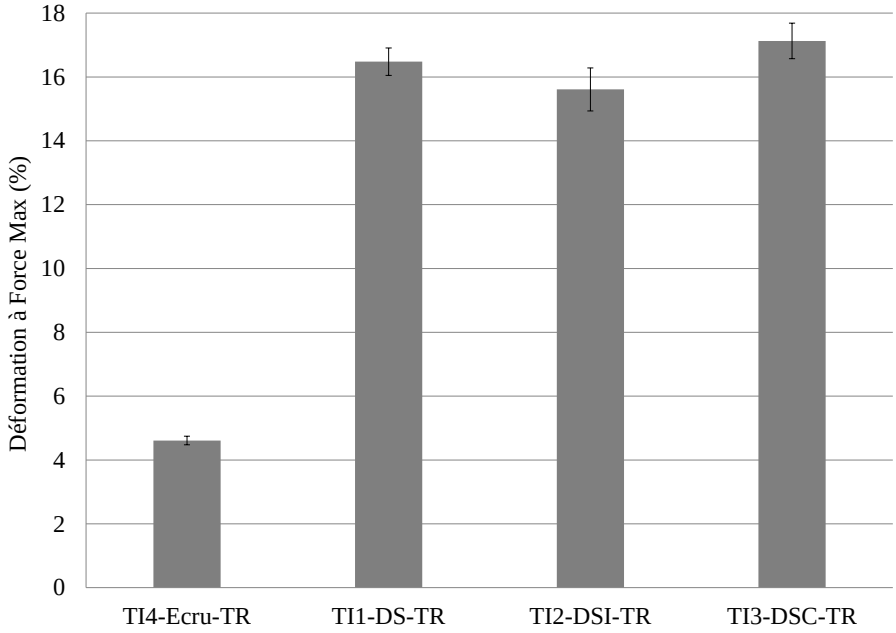
(b) Trame

Figure 3-20: Evolution de la force maximale et de la force maximale par fil pour le lot de tissus traités TI dans les directions (a) chaine et (b) trame

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(a) Chaine



(b) Trame

Figure 3-21: Evolution de la déformation à force max pour le lot de tissus traités TI dans les directions (a) chaine et (b) trame

Les mêmes valeurs maximales des efforts (en N et N/fil) et des déformations sont représentées sur les **Figure 3-22** et **Figure 3-23** pour les quasi-UD. Les histogrammes d'évolution montrent une meilleure résistance mécanique avec le renfort UD1, résultat conforme à celui trouvé à l'échelle fil (**Figure 2-13**, chapitre 2). De manière similaire, en terme de déformation maximale, à l'échelle renfort, la tendance entre les 3 quasi-UD suit celle des 3 fils, avec des déformations plus importantes pour le quasi-UD UD2, élaboré avec le fil Y2 (**Figure 2-13**, chapitre 2).

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

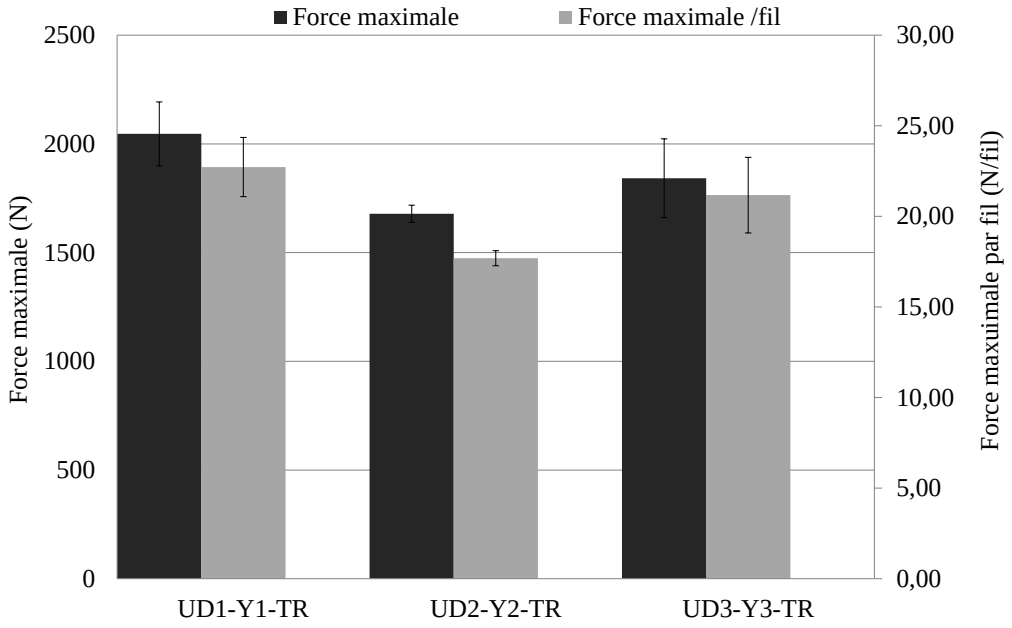


Figure 3-22: Evolution de la force maximale et de la force maximale par fil pour le lot de tissus quasi-UD dans la direction trame

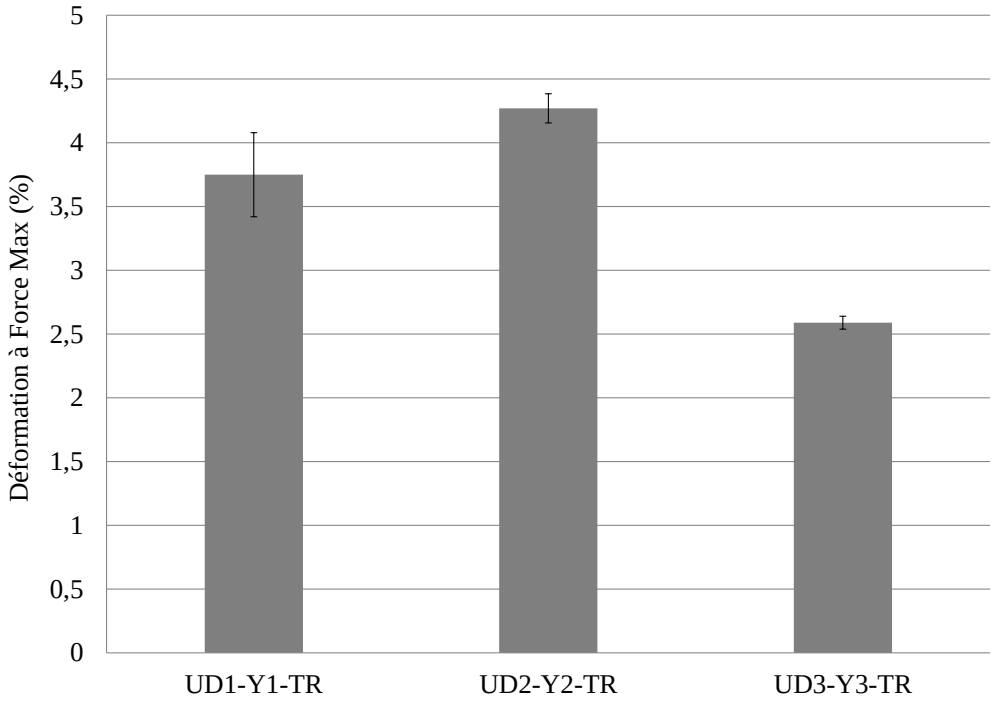


Figure 3-23: Evolution de la déformation maximale pour le lot de tissus quasi-UD dans la direction trame

Dans cette partie, nous allons comparer les deux lots de matière (quasi-UD et tissus). Pour pouvoir effectuer cette comparaison, usuellement la contrainte est calculée à partir de la force mesurée et de la section du matériau. Cependant, la section du renfort lors de la traction est difficile à mesurer étant donné qu'elle évolue au cours du test. En effet, la largeur de l'échantillon diminue au fur et à mesure que la tension augmente. Pour cette raison, deux pentes sont définies pour quantifier la raideur en traction des renforts : une

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

pente en effort (N) calculée à partir de la force/déformation et une pente en effort spécifique (N/fil). Précédemment, les mesures de contexture effectuées ont mis en évidence une différence entre les densités de fils en chaîne et en trame (**Tableau 3-2**). Le calcul de la pente en effort spécifique prend en compte cette différence.

Ces pentes sont calculées dans deux gammes de déformations différentes selon l'évolution de la force en fonction de la déformation. L'allure des courbes de traction est décomposée en deux mécanismes donc deux pentes représentant les deux parties linéaires peuvent être définies. Ainsi, comme indiqué sur la courbe représentative de la **Figure 3-24**, on peut extraire les données suivantes des courbes de traction :

- La première pente de la courbe, notée E1
- La deuxième pente de la courbe, notée E2
- La perte d'ondulation ε_0 en fonction de la déformation (%) : intersection de la deuxième pente avec l'axe des déformations

L'intervalle de déformation dans lequel on définit chaque pente linéaire (E1 et E2) est calculé directement sur la courbe (voir **Figure 3-24**) donc il peut varier selon leur évolution. En somme, les pentes sont mesurées sur les intervalles de déformation suivants :

- Pour les quasi-UD : E1 : 0% - 0,5% et E2 : 1,4% - 1,8%

- Pour les tissus traités en direction chaîne : E1 : 0,8% - 1,2% et E2 : 2,8% - 3,2% sauf pour TI4-Ecru où E2 : 8% - 8,4%

- Pour les tissus traités en direction trame : E1 : 2,5% - 3% et E2 : 12% - 12,5% sauf pour TI4-Ecru où E1: 0% - 0,5% et E2 : 2,5% - 3%

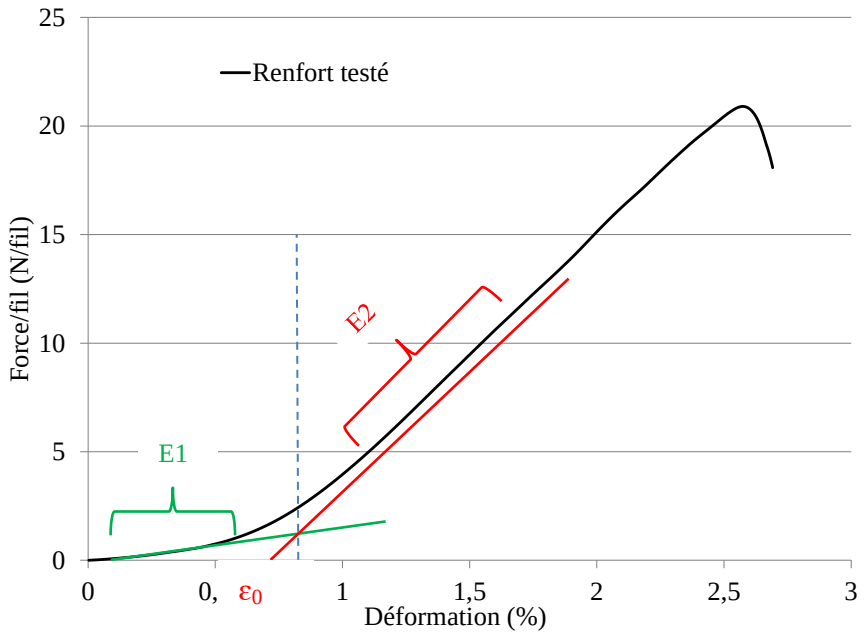


Figure 3-24: Représentation des mesures E1, E2 et ε_0 sur une courbe de traction du quasi-UD UD3

On a reporté dans la **Figure 3-25** et la **Figure 3-26** l'évolution du paramètre ε_0 qui représente la perte de l'ondulation pour respectivement les renforts quasi-UD et les renforts tissus traités. Les résultats de ce paramètre sont similaires à ceux trouvés avec l'analyse de la déformation à contrainte maximale. En effet, dans le cas du quasi-UD, la perte

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

d'ondulation est plus importante avec l'UD2 suivant la forte déformation du tissu et aussi du fil. Concernant les tissus traités, après le désencollage et le séchage, une inversion de l'évolution est observé avec une importante perte d'ondulation dans la direction trame, jusqu'à environ 10% pour TI1-DS et TI2-DSI.

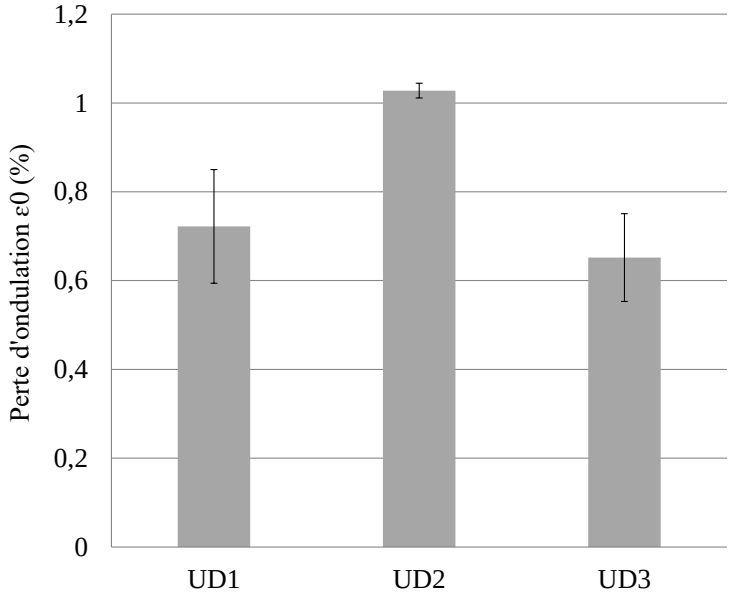


Figure 3-25: Perte de l'ondulation ε_0 des quasi-UD en trame

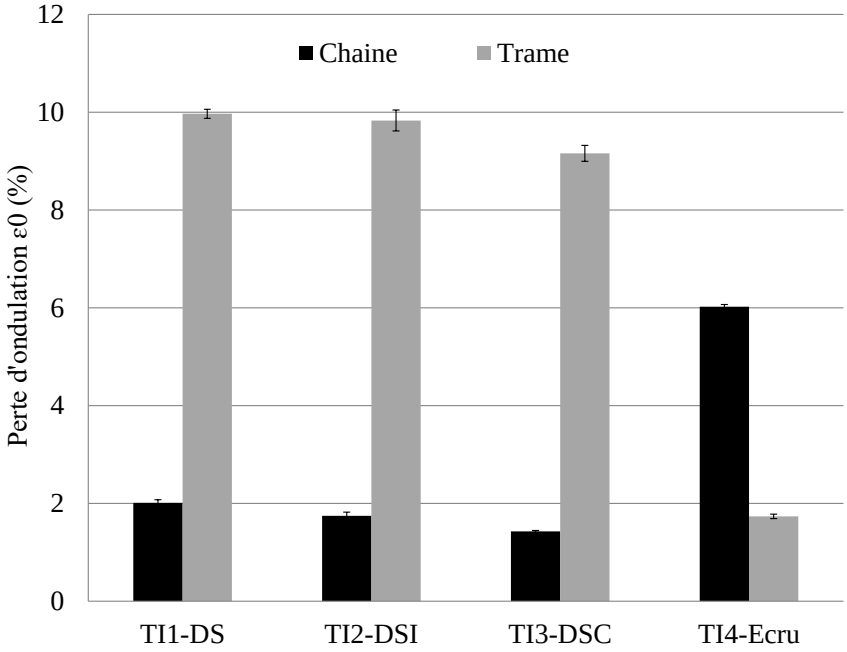


Figure 3-26: Perte de l'ondulation ε_0 des tissus traités en chaine et trame

La **Figure 3-27** présente les pentes calculées pour les trois quasi-UD. L'augmentation significative de la pente E1 à E2 peut être notée, avec un rapport de 6, 7,5 et 8,5 respectivement pour UD1, UD2 et UD3, en fonction du type de fil utilisé. Le quasi-UD UD2 présente toujours une pente plus faible, dans les deux gammes considérées. Les quasi-UD UD1 et UD3 ont un E1 similaire, mais E2 est plus élevé pour le tissu UD3.

Dans la **Figure 3-28**, la pente spécifique des quasi-UD est affichée. La variation est très similaire à celle de la pente représentée sur la **Figure 3-27**. Comme la pente d'effort

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

spécifique est calculée par fil, la contexture du renfort n'entre pas en jeu dans la variabilité des résultats. Ces évolutions entre les trois quasi-UD, élaborés avec les 3 fils différents sont très proches des évolutions de pente étudiées à l'échelle des fils (**Figure 2-14** et **Figure 2-20** du chapitre 2).

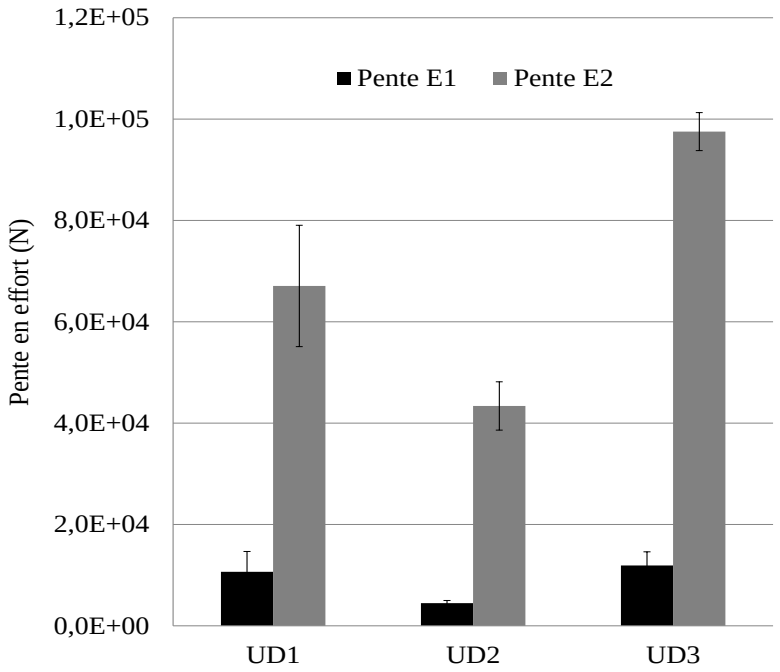


Figure 3-27: Pentes en effort E1 et E2 des renforts quasi-UD

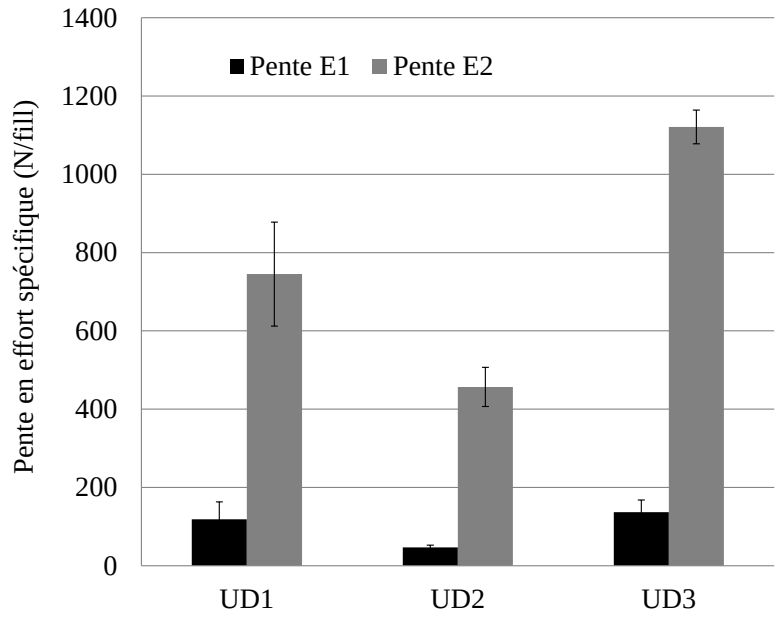


Figure 3-28: Pentes en effort spécifiques E1, E2 des quasi-UD

Pour les tissus traités, et selon la même démarche, les pentes en effort (N) et les pentes en effort spécifiques ont été calculées (**Figure 3-29** et **Figure 3-30**). Les pentes E2 sont largement supérieures à celles d'E1 dans les deux directions. Dans cette série de tests, une comparaison entre le sens chaîne et le sens trame est réalisée.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tout d'abord, pour le tissu écru, TI4, la même conclusion avancée pour la valeur maximale de la force s'applique à ces valeurs de pente. En effet, une diminution de la pente apparaît dans le sens chaîne par rapport au sens trame, cette baisse est de 122% pour la première pente E1 et de 113% pour la deuxième pente E2 en effort spécifique (voir **Tableau 3-5**). Ce phénomène peut aussi être expliqué par les fortes tensions appliquées aux fils de chaîne au cours du tissage. En revanche, dans le cas des tissus traités (TI1-DS, TI2-DSI et TI3-DSC), les valeurs des pentes sont supérieures dans la direction chaîne avec une augmentation de la 2ème pente respectivement de 68%, 76% et 24% pour TI1-DS, TI2-DSI et TI3-DSC. Cette inversion de tendance entre la chaîne et la trame, par rapport au tissu écru, peut être liée surtout au traitement de désencollage et de séchage où les fils de trame sont les plus sollicités lors du passage du tissu dans la rame. Selon l'évolution des pentes présentées dans les **Figure 3-29** et **Figure 3-30**, les valeurs dans la direction chaîne dépendent entièrement du traitement utilisé vu que l'effet du tissage sur la pente par fil des tissus est moins visible. Par contre, dans la direction trame, une diminution conséquente de la pente E2 est observée avec une perte approximative de 79% avant et après désencollage et le séchage (comparaison avec le tissu écru). Ainsi, ce premier traitement post-tissage dégrade extrêmement la pente pour les fils de trame dans le tissu. Ces résultats corroborent notre constat de l'effet du tissage à l'échelle fil.

En comparant les tissus traités uniquement dans la direction chaîne, le tissu désencollé séché ignifugé TI2-DSI possède une plus grande pente en traction avec 592 ± 51 N/fil pour la pente E2 en effort spécifique. En l'occurrence, les propriétés mécaniques du tissu ont changé après l'ignifugation avec une forte augmentation de la pente par fil (E spécifique) d'environ 50% en comparaison avec le tissu TI1-DS avant l'ignifugation. Pour la direction trame, comme constaté précédemment, l'effet du désencollage sur le tissu en trame est prédominant. Une augmentation des valeurs de pentes, approximativement de 33%, est observée avec le tissu ignifugé TI2-DSI. Donc, le foulardage du produit ignifuge augmente la pente du tissu surtout dans la direction chaine. Pour le tissu TI3-DSC, les pentes trouvées sont statistiquement proches des valeurs du tissu désencollé TI1-DS, donc il est difficile de conclure sur l'effet du traitement de calandrage sur les propriétés mécaniques des tissus en chaîne et en trame.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

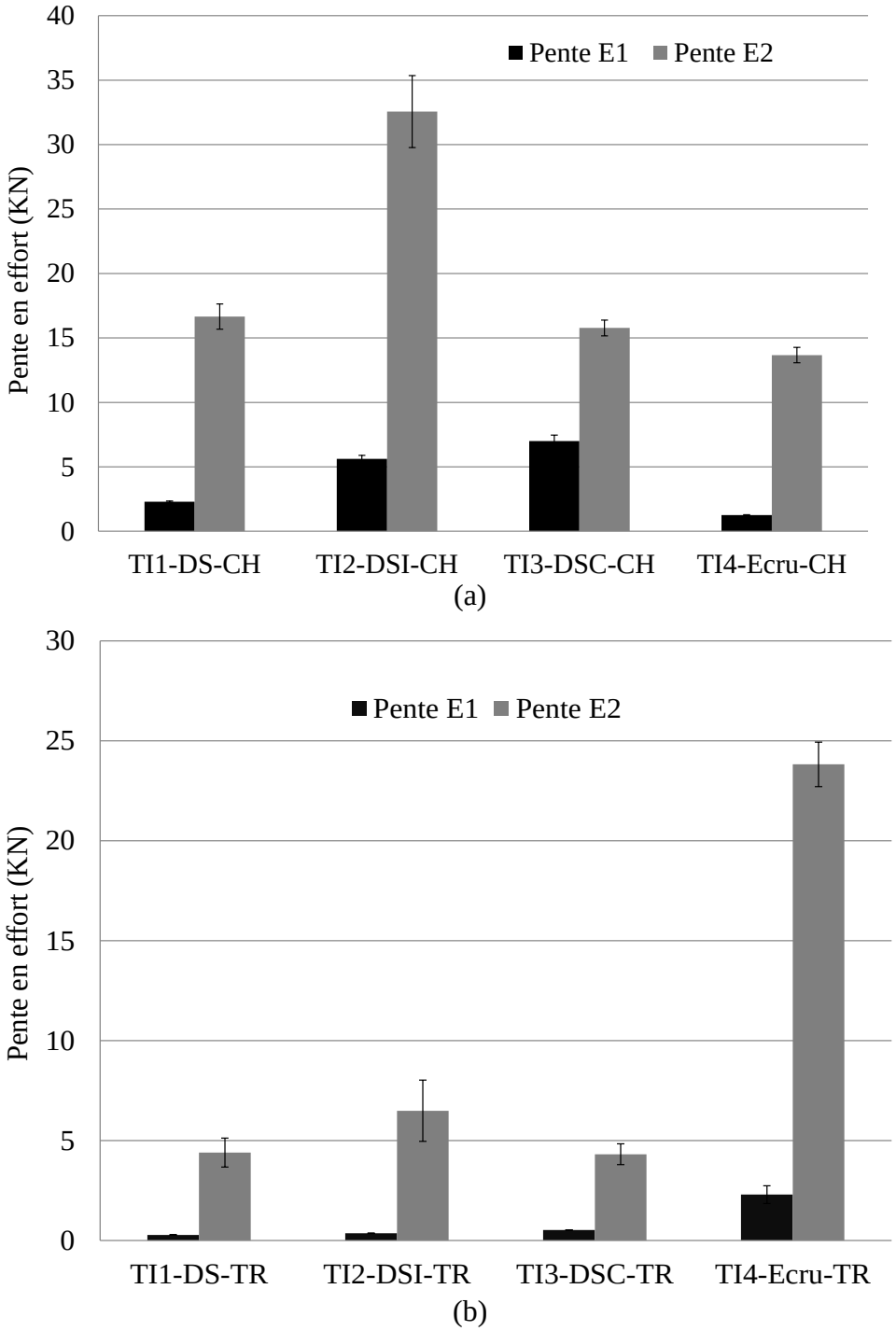
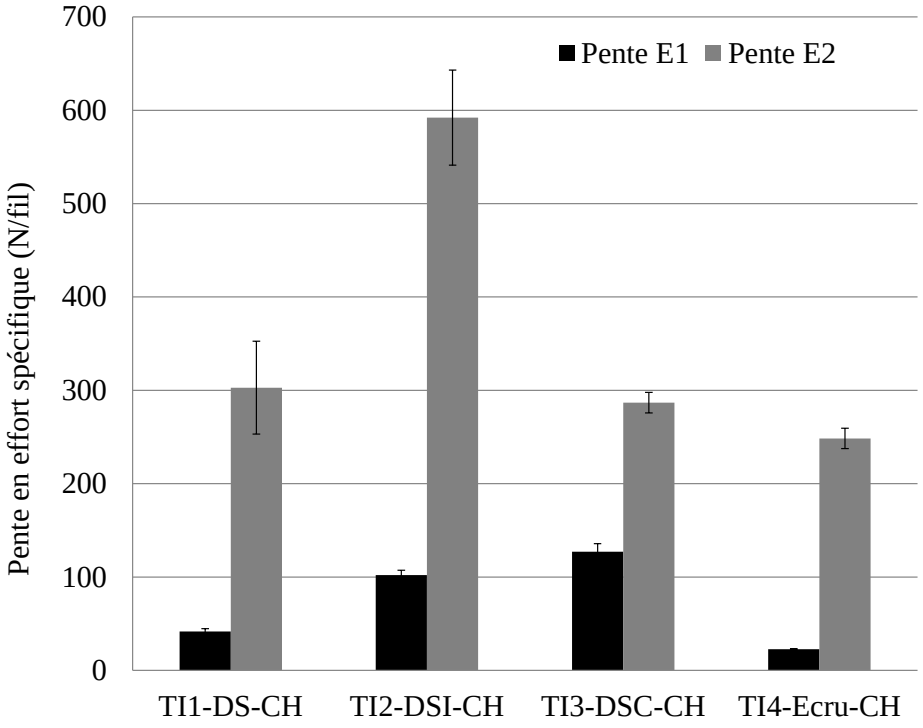
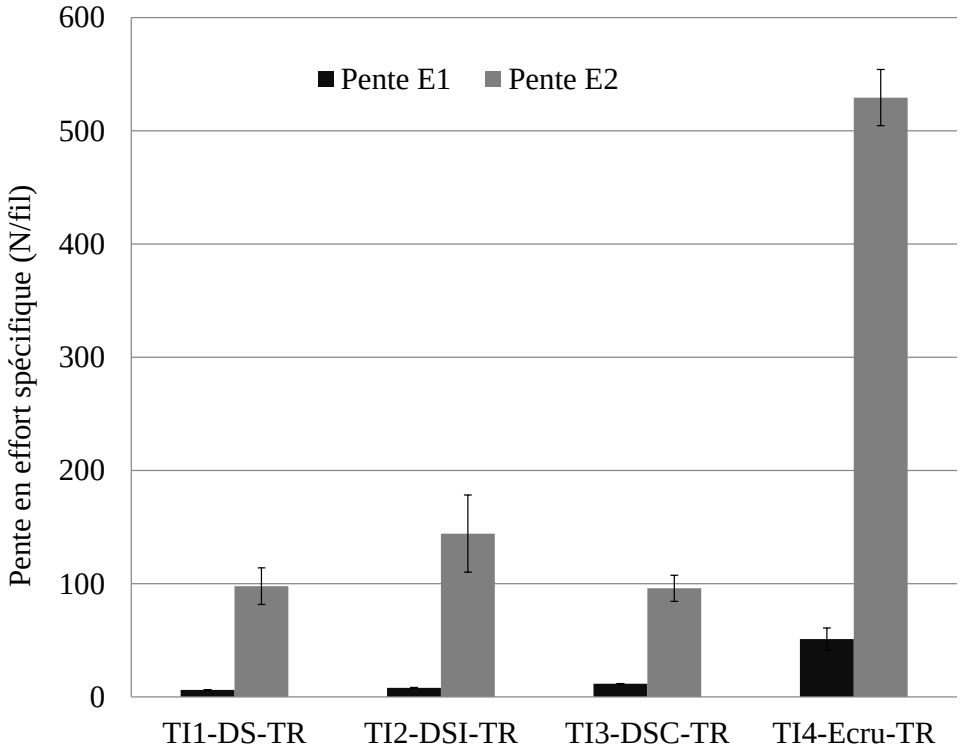


Figure 3-29: Pentes en effort E1 et E2 des tissus traités : (a) en chaine, (b) en trame

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(a)



(b)

Figure 3-30: Pentes en effort spécifique E1 et E2 des tissus traités en chaine et en trame

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 3-5. Pentes en effort spécifique des tissus traités et taux de variation de la pente entre les deux directions (chaîne et trame)

Tissus	Pentes en effort spécifique	Chaine	Trame	Taux de variation Chaîne - Trame (%)
TI1-DS	1ère pente (N/fil)	42 ± 3	6 ± 0,2	86 %
	2ème pente (N/fil)	303 ± 50	98 ± 16	68 %
TI2-DSI	1ère pente (N/fil)	102 ± 5	8 ± 0,2	92 %
	2ème pente (N/fil)	592 ± 51	144 ± 34	76 %
TI3-DSC	1ère pente (N/fil)	127 ± 9	12 ± 0,3	91 %
	2ème pente (N/fil)	127 ± 12	96 ± 11	24 %
TI4-Ecru	1ère pente (N/fil)	23 ± 1	51 ± 10	-122 %
	2ème pente (N/fil)	248 ± 11	529 ± 25	-113 %

Dans cette partie, les pentes en effort des deux séries ainsi que le taux de variation entre la première et la seconde pente sont résumés dans le **Tableau 3-6**. Pour tous les renforts, une augmentation significative entre les deux pentes est observée. L'ondulation du fil dans le tissu conduit à cette faible rigidité dans la première partie liée au réarrangement de la structure et la mobilité de l'armure. La 2nde pente représente la partie linéaire où les fils sont sollicités.

Les valeurs des pentes pour le quasi-UD UD2 et pour le tissu écru TI4 sont proches en prenant en compte l'écart de variabilité. En effet, le même fil étoupe Y2 était mis dans ces deux structures mais avec une armure et un type de tissu différent. Néanmoins, il y a une différence significative dans les propriétés mécaniques (effort maximal, déformation à effort maximal et pente en effort). En comparant, dans la direction trame, les différent lots de matière, les quasi-UD UD1 et UD3 présentent les meilleures résistances et raideur en traction (voir **Figure 3-18**, **Figure 3-19** et **Tableau 3-6**). Ainsi, l'effet du type de fil en entrée est très important pour les performances du renfort sec.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 3-6. Pentes en effort spécifique des tissus et le taux de variation

Tissus	Direction	Pente en effort spécifique : 1ère pente (N/fil)	Pente en effort spécifique : 2ème pente (N/fil)	Taux de variation (E2-E1)/E2 (%)
TI1-DS	Chaine	42 ± 3	303 ± 50	86 %
	Trame	6 ± 0,2	98 ± 16	94 %
TI2-DSI	Chaine	102 ± 5	592 ± 51	83 %
	Trame	8 ± 0,2	144 ± 34	94 %
TI3-DSC	Chaine	127 ± 9	287 ± 12	56 %
	Trame	12 ± 0,3	96 ± 11	88 %
TI4-Ecru	Chaine	23 ± 1	248 ± 11	91 %
	Trame	51 ± 10	529 ± 25	90 %
UD1-Y1-LB9.5	Trame	118 ± 44	745 ± 133	84 %
UD2-Y2-E9.5	Trame	47 ± 6	457 ± 50	90 %
UD3-Y3-ROV1050	Trame	137 ± 31	1121 ± 43	88 %

3.5 Perspectives : Caractérisations complémentaires à l'échelle des renforts

Hormis en traction, les renforts techniques subissent plusieurs types de sollicitation mécanique tels que la flexion, la compression et le cisaillement plan. En particulier, une caractérisation du comportement en cisaillement du textile technique devra être effectuée afin de compléter notre étude.

3.5.1 Caractérisation en cisaillement

Lors du préformage des renforts tout particulèrement avec les formes complexes, il est démontré que les déformations de cisaillement plan sont les plus conséquentes. L'analyse de ce comportement permet de connaitre l'aptitude du renfort au drapage selon ces formes. Ainsi, les fils, initialement d'un angle de 90° dans la structure, tournent d'un certain angle jusqu'à arriver à une limite, un angle de blocage, au-delà duquel des défauts hors-plan, de type plis, commencent à apparaitre. Les tests qui permettent de caractériser le cisaillement plan sont le test de cadre de cisaillement ou le « bias-test ». De nombreuses publications ont abordé l'étude expérimentale des textiles en cisaillement [67-76] et aussi l'aspect analytique avec des modèles du comportement en cisaillement [77,78].

3.5.2 Caractérisation en emboutissage

Pour une étude plus complète de la déformation des renforts tissés dans le plan, un test de préformage ou emboutissage peut être réalisé. Ce test permet d'obtenir l'ensemble des

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

déformations auxquelles le renfort est assujeti lors du préformage (traction, cisaillement plan, flexion). Le principe d'emboutissage se base sur le procédé de mise en oeuvre des composites RTM (Resin Transfer Molding). Pour cette raison l'étude de la drapabilité ou la déformabilité du tissu est très intéressante.

3.5.2.1 Le procédé RTM

Le procédé RTM, ou moulage par injection de résine, [79] est le procédé principal de fabrication de pièces composites dans les industries du transport [80,81]. Ce procédé est très avantageux pour les productions de grande série étant donné la flexibilité des réglages, la productivité et la facilité de mise en œuvre. Le procédé RTM consiste à injecter une résine dans un moule où les renforts sont disposés selon des formes complexes. La résine va alors s'imprégner dans le tissu et il sera possible d'obtenir une pièce composite ayant la forme souhaitée (voir **Figure 3-31**).

Les étapes de la mise en œuvre pour le procédé RTM sont :

- La première étape est la préparation qui consiste à nettoyer le moule et l'application d'une couche d'un démoulant sur le moule afin de faciliter le démoulage de la pièce une fois prête
- L'étape suivante est le préformage ou la mise en forme qui consiste à déposer le renfort (tissus, UD, tricots …) et la matrice sur un moule mâle et fermé par un autre moule femelle. Le préformage peut être fait d'un seul coup ou sur plusieurs étapes jusqu'à l'obtention de la forme voulue. Le vide permet d'injecter la résine dans le moule.
- La troisième étape est le compactage. Afin d'avoir le taux volumique de fibres souhaité, une pression supplémentaire est appliquée. La régularité de ce taux volumique (Vf) dépend du mode d'application de la pression de compactage.
- La quatrième étape est la polymérisation appelée aussi cuisson ou réticulation quand le matériau est thermodurcissable. La polymérisation de la résine (solidification de la résine) est réalisée sous pression des moules pendant un temps défini de chauffe. La cuisson peut se faire sous différentes températures. Cette étape est essentielle pour atteindre l'état final.
- La dernière étape est le démoulage qui consiste à détacher la pièce finale du moule. Des opérations supplémentaires de détourage peuvent être nécessaires pour enlever les bords de la pièce.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

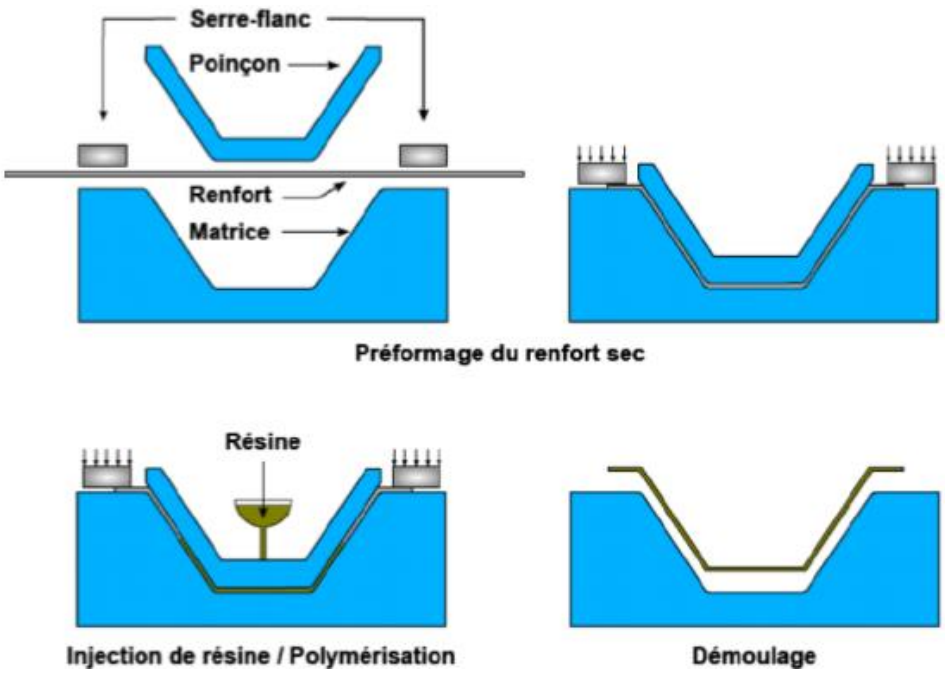


Figure 3-31: Mise en ouvre du procédé RTM [82]

Cependant, les différentes étapes du procédé RTM doivent être bien contrôlées afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques pour les pièces finales. Pour la fabrication de ces pièces hautement techniques, l'apparaition de défaut peut endommager leur performance. Ainsi, le déroulement de l'étape de préformage a un grand impact sur le qualité du produit obtenu.

3.5.2.2 Le principe de l'emboutissage d'un renfort sec

Plusieurs études expérimentales et théoriques [83-97] portent sur l'analyse de la déformabilité des renforts secs lors du préformage. Elles sont réalisées pour comprendre notamment la drapabilité de la préforme sur des formes simples comme l'hémisphère [93,97], boîte carrée [95] et des formes plus complexes comme le prisme et le tétraèdre [24] (voir **Figure 3-32**). Différentes nature de fibres ont été traitées : fibre de carbone, fibre de verre [93], fibre de lin [45,93]… et sous différents types de renforts comme le tissu [89], le tissu NCF [90], le tricot [91] et récemment pour les renforts tressés [93]. En ce qui concerne les fibres naturelles, il existe récemment quelques études sur la déformabilité des tissus en lin pour des géométries complexes [23-25]. Ouagne et al.[24] ont démontré que le choix de l'achitecture du renfort tissé peut prévenir des défauts (formation de boucles, glissement du réseau…) qui appraissent lors de l'emboutissage de forme complexe comme le tétraèdre.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

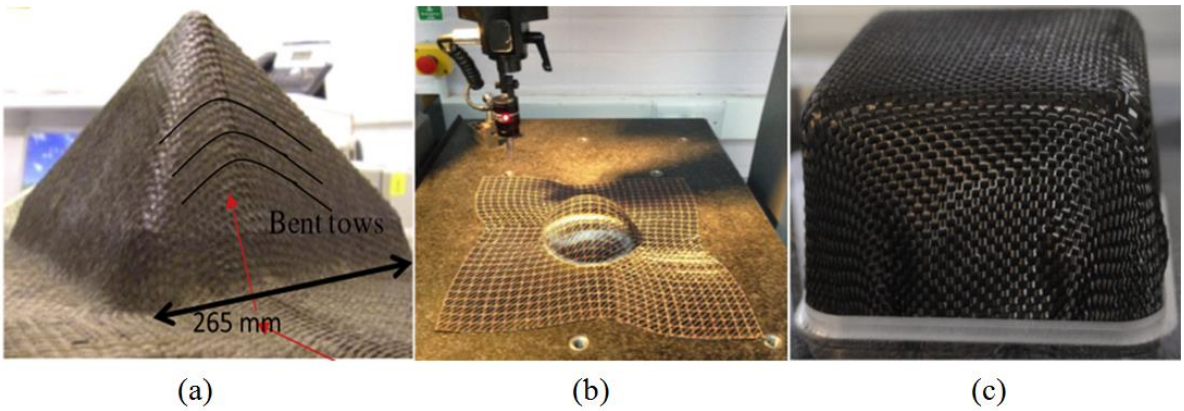


Figure 3-32: Exemple d'emboutissage en (a) tétraèdre [24], (b) en hémisphère [97] et en boite carrée [95]

3.6 Conclusions

Dans ce chapitre, différents types de renfort en lin ont été analysés en termes de l'influence du tissage et des traitements dans les caractéristiques mécaniques à l'échelle tissu. L'étude du comportement des tissus est réalisée à partir d'une caractérisation métrologique et une caractérisation des propriétés mécaniques. Ainsi, les essais de traction permettent d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques suivant le type de fil introduit, le traitement post-tissage et la direction sollicitée.

Pour les renforts quasi-UD, les propriétés mécaniques dépendent entièrement du type de fils. Le renfort à base de fil étoupe présente des propriétés mécaniques plus faibles que ceux avec le long brin et le roving. Ce résultat vient confirmer les conclusions trouvées à l'échelle fil dans le chapitre 2.

La caractérisation des tissus traités permet d'étudier deux phénomènes : la direction du tissage et l'effet des traitements. A partir du tissu écru n'ayant subi aucun traitement, la comparaison entre les propriétés mécaniques de la chaîne et de la trame a permis de montrer la diminution des propriétés mécaniques des fils en chaîne due aux fortes sollicitations du tissage des fils de chaîne sur le métier à tisser. Cependant, les fils en trame restent quasi-inchangés étant donné qu'ils ne subissent qu'un passage sur le métier.

L'étude sur les traitements montre les limites et les problèmes liés à l'utilisation de certains apprêts post-tissage pour les renforts. En effet, les propriétés mécaniques des tissus sont dégradées surtout dans la direction trame avec une perte pouvant aller jusqu'à 79% en moyenne pour la rigidité en traction. Le procédé de désencollage et séchage est mis en cause : le maintien du tissu par les lisières lors de son passage en rame sollicite les fils en trame au sein de l'armure d'une manière irréversible. Par conséquent, afin de préserver les propriétés mécaniques du tissu, une optimisation du procédé de désencollage est nécessaire. Il est aussi intéressant d'envisager l'utilisation d'une nouvelle colle facile à éliminer ou la suppression de l'étape d'encollage.

Enfin, le calandrage agit directement sur les propriétés métrologiques du tissu avec une diminution nette de l'épaisseur et de la perméabilité à l'air. Cette compression crée une meilleure cohésion entre les fils et ainsi l'évolution de la réponse en traction uniaxiale du tissu est différente de celle avant le calandrage. Cependant, l'étude de la résistance et la raideur en traction montre que ce traitement n'a pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques du tissu. Dans tous les cas, l'influence de paramètres tels que le fil

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

inséré et l'orientation du tissu agit significativement sur les réponses mécaniques des renforts secs.

Concernant les renforts quasi-UD, une étude de la déformabilité lors de l'étape du préformage peut compléter la caractérisation mécanique. En effet, la maîtrise de l'étape de préformage est nécessaire car elle contrôle la qualité du produit final au procédé RTM. La mise en forme sous des géométries complexes fait apparaître des défauts liés aux différents angles de cisaillement et flexion. Il est intéressant d'étudier l'influence du renfort, de la pression du serre flan et ainsi que la géométrie du pinçon. Afin de prédire le comportement même pour des géométries complexes, des essais sur des poinçons en forme de boîte carrée et de pyramide seront réalisés.

La suite de ce travail concerne l'échelle composite avec une mise en œuvre des composites en utilisant les renforts caractérisés dans ce chapitre. La même méthodologie de caractérisation sera appliquée afin de poursuivre la chaîne qualité matière.

Références

[1] F.K. Ko, G.W. Du. «Textile Preforming». Handbook of Composites, pp.397-424, 1998

[2] J. Vilfayeau. «Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériaux composites». Thèse, INSA de Lyon, 2014

[3] J.M. Berhelot. « Composite Materials: Mechanical Behavior and Structural Analysis». Mechanical Engineering Serie, 1ère édition, Springer, 1998.

[4] P.C. Nguyen. «Identification de paramètres dans la fabrication de matériaux composites». Thèse, Université d'Orléans, 2011

[5] B.K. Behera, B.K. Hari. «Woven textile structure : theory and application». Cambridge : Woodhead Pub, 2010

[6] P.T. Curtis, S.M. Bishop. «An assessement of the potential of woven carbon fibre-reinforced plastics for high performance applications». Composites, Vol.15(4), pp.259-65, 1984

[7] L. Tong, A.P. Mouritz, M.K. Bannister. « 3D fibre reinforced composites». Elsevier Science LTD, UK, 2002

[8] P.J. Hogg, A. Ahmadnia, F.J. Guild. «The mechanical properties of non-crimped fabric based composites». Composites, Vol.24(5), pp.423-32, 1993

[9] Y. Wang, J. Li, P.B. Do. «Properties of composite laminates reinforced with e-glass multiaxial non-crimp fabrics». Journal of Composite Materials, Vol.29(17), pp.2317-2333, 1995

[10] G.A. Bibo, I.J. Hogg, M. Kempb. «Mechanical characterization of glass- and composites made with non-crimp fabrics». Composite Science Technology, Vol.57, pp.1221-41, 1997

[11] D. Weidmann. «Technologies des textiles : De la fibre à l'article». 2e édition, Dunod, Paris, 2012

[12] Z.M. Huang, Y. Zhang, S. Ramakrishna. « Modeling of the progressive failure behavior of multilayer knitted fabric reinforced composite laminates». Composite Science Technology, Vol.61(14), pp.2033-46, 2001

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[13] S. Ramakrishna. « Characterization and modeling of the tensile properties of plain weft knit fabric reinforced composites». Composite Science Technology, Vol.57, pp.1-22, 1997

[14] A.P. Mouritz, C. Baini, I. Herszberg. «Mode I interlaminar fracture tougnhess properties of advanced textile fiber glass composites». Composites Part A, Vol.30(7), pp.859-70, 1999

[15] S.L. Ogin. « Textile reinforced composite materials». Handbook of thechnical textile edited by A.R. Horrocks and S.C. Anand, Woodhead publishing limited, England, 2000

[16] F. Bossu. « The use of warp interlock fabric inside textile composite protection against ballistic impact». Textile Research Journal, Vol.81(4), pp.344-354, 2011

[17] X. Chen, L.W. Taylor, L.J. Tsai. « An overview on fabrication of three-dimensional woven textile preforms for composite». Textile Research Journal, Vol.81(9), pp.932-944, 2011

[18] A.R. Labanieh, X. Legrand, V. Koncar, D. Soulat. « Développement et optimisation de préformes tissés 3D-multiaxiales». Revue des composites et des matériaux avancés, Vol.24(1), pp.11-124, 2014

[19] A. R. Labanieh, X. Legrand, V. Koncar, D. Soulat. « Novel optimization method to estimate the geometrical properties of a multiaxial 3D woven performs». Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 32(10), pp. 700-712, 2013

[20] A. R. Labanieh, X. Legrand, V. Koncar, D. Soulat. « Development in the multiaxis 3D weaving technology». Textile Research Journal 2016, Vol. 86(17), pp.1869–1884, 2016

[21] A.R. Labanieh, D. Vasiukov, Y. Liu, D. Soulat, S. Panier. « Influence of off-axis in-plane yarns on the mechanical properties of 3D composites». Composites Part A, Vol.98, pp. 45-57, 2017

[22] J-G. Orliac. «Analyse et simulation du comportement anisotrope lors de la mise en forme de renforts tissés interlock». Thèse, INSA de Lyon, 2012

[23] P. Ouagne, D. Soulat, C. Tephany, D. Duriatti, S. Allaoui, G. Hivet. «Mechanical characterisation of flax based woven fabrics and in situ measurements of tow tensile strain during the shape forming». Journal of Composite Materials, Vol.47, pp.3498-12, 2013

[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 misalignement defect». Composites Part A, Vol.51, pp.1-10, 2013

[25] E. Capelle, P. Ouagne, D. Soulat, D. Duriatti. «Complex shape forming of flax woven fabrics: Design of specific blank-holder shapes to prevent defects». Composites Part B, Vol.62, pp.29-36, 2014

[26] P. Ouagne, D. Soulat, G. Hivet, S. Allaoui, D. Duriatti. «Analysis of defects during the preforming of a woven flax». Advanced Composites Letters, Vol.20, Iss. 4, pp.105-108, 2011

[27] B. Baghaei, M. Skrifvars, L. Berglin. «Manufacture and characterisation of thermoplastic composites made from PLA/hemp co-wrapped hybrid yarn prepregs». Composites Part A, Vol.50, pp.93-01, 2013

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[28] S. Garkhail, R. Heijenrath, T. Peijs. «Mechanical properties of natural-fibre-mat-reinforced thermoplastics based on flax fibres and polypropylene». Applied Composite Materials, Vol.7(5-6), pp.351-72, 2000

[29] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, M. Skrifvars. «Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications». Applied Composite Materials, pp. 199–215, 2006.

[30] D.U. Shah. «Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts». Materials and Design, Vol.62, pp.21-31, 2014

[31] D.U. Shah, R.K. Nag, M.J. Clifford. «Why do we observe significant differences between measured and 'back-calculated' properties of natural fibres? ». Cellulose 2016, Vol.23(3), pp.1481-1490.

[32] G.A. Bibo, P.J. Hogg. «Influence of reinforcement architecture on damage mechanisms and residual strength of glassfibre/epoxy composite systems». Composites Science and Technology, Vol.58(6), pp.803-13, 1998

[33] D.U. Shah. «Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading». Composites Part A, Vol.83, pp.160-68, 2016

[34] I.B Amor, H. Rekik, H. Kaddami, M. Raihane, M. Arous, A. Kallel. «Effect of Palm tree fiber orientation on electrical properties of palm tree fiber-reinforced polyester composites». Journal of Composite Materials, Vol.44(13), pp.1553-68, 2010

[35] P.J. Herrera-Franco, A. Valadez-Gonzalez. «A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites». Composites Part B, Vol.36(8), pp.597-08, 2005

[36] D.A Norman, R.E Robertson. «The effect of fiber orientation on the toughening of short fiber-reinforced polymers». Journal of Applied Polymer Science, Vol.90(10), pp.2740-51, 2003.

[37] H. Santamala, R. Livingston, H. Sixta, M. Hummel, M. Skrifvars, O. Saarela. «Advantages of regenerated cellulose fibres as compared to flax fibres in the processability and mechanical performance of thermoset composites». Composites Part A, Vol.84, pp.377-85, 2016

[38] K.L. Pickering, M.G. Aruan Efendy, T.M. Le. «A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance». Composites Part A, Vol.83, pp.98-112, 2016

[39] A.K. Bledzki, O. Faruk, V.E. Sperber. «Cars from bio-fibres». Macromolecular Materials and Engineering, Vol.291(5), pp.449-57, 2006

[40] 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, Vol.82, pp. 253–266, 2016.

[41] F. Bensadoun. « In-service behaviour of Flax fibre reinforced composites for high performance applications ». Phd-Thesis of Faculty of Engineering Science, KU Leuven, July 2016

[42] M.I. Misnon, M.M Islam, J.A. Epaarachchi, K.T. Lau. «Analyses of woven hemp fabric characteristics for composite reinforcement». Materials and Design, Vol.66, pp.82-92, 2015

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[43] H.N. Dhakal, M. Skrifvars, K. Adekunle, Z.Y. Zhang. «Falling weight impact response of jute/methacrylated soybean oil bio-composites under low velocity impact loading». Composites Science and Technology, Vol.92(0), pp.134-41, 2014

[44] C. Florimond. «Contributions à la modélisation mécanique du comportement de mèches de renforts tissés à l'aide d'un schéma éléments finis implicite». Thèse, INSA de Lyon, 2013.

[45] E. Capelle. «Conception et fabrication de renforts tissés à base de fibres de lin pour la réalisation de pièces composites à géométries complexes». Thèse, Université d'Orléans, 2015.

[46] 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.

[47] Etablissements Eyraud http://www.eyraud-sa.fr/

[48] A. Charmetant. «Approches hyperélastiques pour la modélisation du comportement mécanique de préformes tissées de composites». Thèse, INSA de Lyon, 2011.

[49] A.K.R. Choudhury. «Chapter 5 – Advances in the finishing of silk fabrics». Advances in Silk Science and Technology, Chapter 5, pp. 81–110, 2015

[50] Site de MEMOtextile Chapitre. Procédés

[51] S. Duquesne, F. Samyn, P. Ouagne, S. Bourbigot. « Flame retardancy and mechanical properties of flax reinforced woven for composite applications ». Journal of Industrial Textiles, pp. 1-17, 2013

[52] D. Xue, M. Miao. « Influences of moisture absorption and chemical treatments on the resin flox characteristics of natural fibre nonwoven mats». The Journal of Textile Institute, Vol. 103(9), pp. 1024-1030, 2012

[53] J. Andersons, E. Spārniņš, R. Joffe. « Stiffness and strength of flax fibre/polymer matrix composites». Polymer Composites, Vol.27(2), pp.221–229, 2006

[54] A. Arbelaiz, G. Cantero, B. Fernández, I. Mondragon, P. Gañán, J.M. Kenny. « Flax fibre surface modifications: Effects on fibre physico mechanical and flax/polypropylene interface properties». Polymer Composites, Vol.26(3), pp.324–332, 2005

[55] 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, Vol.37, pp.1626–1637, 2006

[56] Q. Liu, M. Hughes. « The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites». Composites Part A, Vol.39, pp.1644–1652, 2008

[57] Y. Zhou, M. Fan, L. Chen. « Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites : An overview». Composites Part B, Vol. 101, pp. 31-45, 2016

[58] ISO 139 : Textiles - Atmosphères normales de conditionnement et d'essai, 2005

[59] NF EN ISO 5084 : Textiles - Détermination de l'épaisseur des textiles et produits textiles, Novembre 1996

[60] ISO 3374 : Renforts - Mats et tissus - Détermination de la masse surfacique ou grammage, Juin 2000

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[61] NF EN ISO 9237: Textiles - Détermination de la perméabilité à l'air des étoffes, Indice de classement G07-111, Août 1995

[62] NF EN ISO 13 934-1 : Textiles - Propriétés des étoffes en traction - Partie 1 : détermination de la force maximale et de l'allongement à la force maximale par la méthode sur bande, Julletb 2013

[63] K. Buet-Gautier. « Analyse et simulation du comportement mécanique des renforts composites tissés». Thèse, Université d'Orléans, 1998

[64] P. Boisse, A. Gasser, G. Hivet. «Analyses of fabric tensile behaviour: determination of the biaxial tension-strain surfaces and their use in forming simulation». Composites Part A, Vol.32, pp.1395–1414, 2001

[65] G. Hivet, P. Boisse. «Consistent mesoscopic mechanical behaviour model for woven composite reinforcements in biaxial tension». Composites Part B, Vol.39, pp.345–361, 2008

[66] K. Buet-Gautier, P. Boisse. «Experimental analysis and modelling of biaxial mechanical behaviour of woven composite reinforcements». Experimental Mechanics, Vol.413, pp.260–269, 2001

[67] G. Hivet, A.V. Duong. « A contribution to the analysis of the intrinsic shear behavior of fabrics». Journal of Composite Materials, Vol. 45(6), pp. 695-716, 2011

[68] P. Harrison, F. Abdiwi, Z. Guo, P; Potluri, W.R. Yu « Characterising the shear-tension coupling and wrinkling behaviour of woven engineering fabrics». Composites Part A, Vol. 43(6), pp. 903-914, 2012

[69] P. Harrison « Normalisation of biaxial bias extension test results considering shear tension coupling». Composites Part A, Vol. 43(9), pp. 15461554, 2012

[70] O. Rozant, P.E. Bourban, J.A.E. Manson « Drapability of dry textile fabrics for stampable thermoplastic preforms». Composites Part A, Vol. 31(11), pp. 1167-1177, 2000

[71] S.B. Sharma, M.P.F. Sutcliffe, S.H. Chang. « Characterisation of material properties for draping of dry woven composite material». Composites Part A, Vol. 34(12), pp. 1167-1175, 2003

[72] S.V. Lomov, A. Willems, I. Verpoest, Y. Zhu, M. Barburski, T. Stoilova. « Picture frame test of woven composite reinforcements with a full-field strain registration». Textile Research Journal, Vol. 76(3), pp. 243-252, 2006

[73] J. Launay, G. Hivet, A.V. Duong, P. Boisse. « Experimental analysis of the influence of tensions on in plane shear behaviour of woven composite reinforcements». Composites Science and Technology, Vol. 68(2), pp. 506-515, 2008

[74] A. Willems, S.V. Lomov, I. Verpoest, D. Vandepitte « Optical strain fields in shear and tensile testing of textile reinforcements». Composites Science and Technology, Vol.68(3), pp. 807-819, 2008

[75] A. Willems, S.V. Lomov, I. Verpoest, D. Vandepitte. « Drape-ability characterization of textile composite reinforcements using digital image correlation». Optics and Lasers in Engineering, Vol. 47(3), pp. 343-351, 2009

[76] A.S. Milani, J.A Nemes, G. Lebrun, M. Bureau. « A comparative analysis of a modified picture frame for characterization of woven fabrics». Polymer Composites, Vol.31(4), pp. 561-568, 2009

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[77] J. Page, J. Wang. « Prediction of shear force and an analysis of yarn slippage for a plainweave carbon fabric in a bias extension state». Composites Science and Technology, Vol. 60(7), pp. 977-986, 2000

[78] E. Syerko, S. Comas-Cardona, C. Binetruy. « Models for shear properties/behavior of dry fibrous materials at various scales: a review». International Journal of Material Forming, Vol. 8(1), pp. 1-23, 2013

[79] A.C. Long. «Composites forming technologies». New York, NY: CRC Press, 2007.

[80] K. Christos. «Design and analysis of composite structures: with application to aerospace structures». New York, NY: Wiley, 2010.

[81] F. Campbell. «Manufacturing technology for aerospace structural materials». Lavoisiers: Elsevier, 2006.

[82] P. Badel. «Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X». Thèse, INSA Lyon, 2008

[83] S. Allaoui, G. Hivet, D. Soulat, A. Wendling, P. Ouagne, S. Chatel. «Experimental preforming of highly double curved shapes with a case corner using an interlock reinforcement». International Journal of Material Forming, Vol.7(2), pp. 155-65, 2014

[84] M.A Khan, T. Mabrouke, E. Vidal-Sallé, P. Boisse. «Numerical and experimental analyses of woven composite renforcement forming using ahypoelastic behaviour. Application to the double dome benchmark». Journal of Materials Processing Technology, Vol.210, pp.378- 88, 2010

[85] P. Boisse, N. Hamila, E. Vidal-Sallé, F. Dumont. «Simulation of wrinkling during textile composite reinforcement forming. Influence of tensile in-plane shear and bending stiffnesses». Composites Science and Technology, Vol.71(5), pp.683–92, 2011

[86] D. Jauffrés, J.A.Sherwood.«Discrete mesoscopic modeling for the simulation of wovenfabric reinforcement forming». International Journal of Material forming, Vol.3, pp.1205-16, 2010

[87] X. Peng, Z. Guo, T. Diu, W.R Yu. «A simple anisotropic hyperelastic constitutive model for textile fabrics with application to forming simulation». Composites Part B, Vol.52, pp. 275– 81, 2013

[88] P. Boisse, Y. Aimène, A. Dogui, S. Dridi, S. Gatouillat, N. Hamila, M.A. Khan, T. Mabrouki, F. Morestin, F. Vidal-Sallé. «Hypoelastic, hyperelastic, discrete and semi-discrete approaches for textile composite reinforcement forming». International Journal of Material Forming, Vol.3, pp.1229-40, 2010

[89] H. Yin, X. Peng, T. Du, Z. Guo. «Draping of plain woven carbon fabrics over a double curvature mold». Composites Science and Technology, Vol.92, pp. 64–9, 2014

[90] S. Bel, N. Hamila, P. Boisse, et al. «Finite element model for NCF composite reinforcement preforming: Importance of inter-ply sliding». Composites Part A, Vol.43, pp. 2269–2277, 2012.

[91] X.K Li et S.L. Bai.«Sheet forming of the multi-layered biaxial weft knitted fabric reinforcement. Part I: On hemispherical surfaces». Composites Part A, Vol.40(6–7), pp. 766–777, 2009

[92] P.B. Jacquot, P. Wang, D. Soulat, X. Legrand. «Analysis of the preforming behaviour of the braided and woven flax/polyamide fabrics». Journal of Industrial Textiles Vol.46(3), pp. 698-718

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[93] P. Boisse, A. Cherout, J.C Gelin, H. Sabhi. «Experimental study and finite element simulation of a glass fiber fabric shaping process». Polymer Composites, Vol.16, p. 83-95, 1995

[94] P. Badel. «Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X». Thèse, INSA Lyon, 2008

[95] P. Wang, X. Legrand, P. Boisse, N. Hamila, D. Soulat. « Experimental and numerical analyses of manufacturing process of a composite square box part: Comparison between textile reinforcement forming and surface 3D weaving». Composites Part B, Vol.78, pp. 26-34, 2015

[96] K. Vanclooster, S.V Lomov, I. Verpoest. « Experimental validation of forming simulations of fabric reinforced polymers using an unsymmetrical mould configuration». Composites Part A, Vol.40, pp. 530-539, 2009

[97] S. Chen, O.P.L McGregor, L.T. Harper, A. Endruweit, N.A Warrior. « Defect formation during preforming of a bi-axial non-crimp fabric with a pillar stitch pattern». Composites Part A, Vol.91, pp. 156-167, 2016

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

4 CARACTERISATION A L'ECHELLE COMPOSITE

Ce chapitre a pour but de comparer le comportement mécanique des composites élaborés à partir de différents types de renforts en fibres de lin, présentés dans le chapitre 3. Pour ce faire, un état de l'art des matériaux composites a été réalisé. Ensuite, les essais expérimentaux ainsi que les techniques de mise en œuvre sont présentés. Les composites ont été caractérisés mécaniquement par des tests de traction et des analyses de faciès de rupture obtenus par microscopie à balayage électronique (MEB).

4.1 Etat de l'art : Matériaux composites

4.1.1 La matrice / Les renforts

Un matériau composite est, par définition, un assemblage d'un renfort, sous forme fibreuse ou filamentaire et d'une matrice qui permet d'obtenir des propriétés supérieures à celles des constituants pris séparément [1,2]. La matrice permet de transmettre les efforts mécaniques au renfort, de les figer dans les orientations souhaitées et de les protéger de l'environnement. Elle peut être adaptée et moulée selon la forme du produit voulu. De son côté, le renfort assure la tenue mécanique de la pièce finale. Il existe une variété de matériaux composites : ils peuvent être classés selon les domaines d'application (construction, automobile…) ou selon la nature du renfort ou de la matrice. Le choix du type d'association entre la matrice et le renfort dépend entièrement du type d'application : fortes contraintes mécaniques, tenue en température, fatigue, résistance à la corrosion, coût…etc.

Le renfort peut être constitué de fibres de différentes natures : minérale (fibre de carbone, fibre de verre), organique (fibre d'aramide), métallique (aluminium) et naturelles (lin, chanvre, jute, sisal). Il peut être également classé selon la longueur des fibres : fibres courtes (le but est de renforcer la matrice) ou fibres longues (dans ce cas les performances mécaniques proviennent exclusivement du renfort).

Pour la matrice, on peut distinguer trois grandes familles : les matrices organiques, fortement présentes dans l'industrie du composite, appartenant à la famille des polymères thermoplastiques ou thermodurcissables. Les matrices céramiques et les matrices métalliques (d'alliages d'aluminium, de titane) sont surtout employées pour des

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

applications spécifiques hautement techniques avec des fortes contraintes métrologiques (température, humidité).

Dans le cadre de cette thèse, on s'intéresse principalement au composites à base de matrice organique et d'un renfort à fibres longues (voir **Figure 4-1**). Ce type de matériau est fréquemment utilisé pour leur bonne tenue mécanique dans des applications très techniques comme l'automobile et l'aéronautique. Il existe deux grandes familles de résines : les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissables.

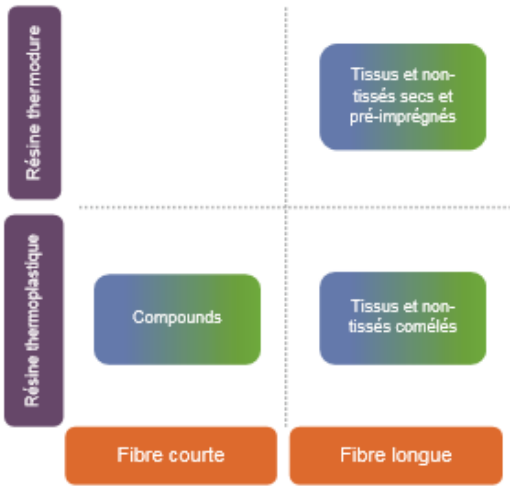


Figure 4-1: différentes gammes de renfort/ matrice utilisées [3]

- *Les polymères thermodurcissables (TD)*

Les polymères TD sont insolubles, infusibles et irréversibles. De ce fait, ils peuvent être mis en œuvre uniquement une seule fois. De plus, elles possèdent une stabilité thermique et une faible viscosité. Pour cette raison, elles sont utilisées lors des procédés de mise en œuvre comme l'infusion et le moulage où l'imprégnation du renfort est réalisée par l'écoulement de la résine.

Les principales résines thermodurcissables utilisées sont :

- *les résines polyesters*

Les résines polyesters insaturées, comme le polyester condensé et le vinylester, sont fortement utilisées pour les matériaux composites. Ce type de résines offre une bonne stabilité dimensionnelle, une bonne rigidité, une bonne mouillabilité des renforts, une facilité de mise en œuvre et un faible coût de production. Néanmoins, elles possèdent une mauvaise tenue à forte température et au feu, un retrait important (9 à 10%), une dégradation aux rayons ultraviolets et à la vapeur.

- *les résines époxydes*

Les résines époxydes ne représentent qu'une part n'excédant pas 5% du marché composite. Elles sont surtout utilisées pour des composites à hautes performances dans le domaine de l'aéronautique pour leurs bonnes propriétés mécaniques. La résine époxyde possède aussi une bonne tenue aux températures élevées, une bonne mouillabilité des renforts et adhérence aux matériaux métalliques et avec la fibre de renfort. Il est toutefois nécessaire de conduire des durées de polymérisations très longues et à des températures élevées. De plus, son prix est nettement plus élevé que les autres résines.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- *les résines de condensation*

Les résines de condensation comportent trois types de résines dont les plus connues sont les résines phénoliques. La résine phénolique a des avantages tels qu'une très bonne stabilité dimensionnelle, tenue à la chaleur, un faible retrait et de bonnes caractéristiques mécaniques. Pour cette raison, elle est souvent choisie pour des pièces exigeant une haute tenue en température. Par contre, elle nécessite une élaboration sous pression.

Les propriétés des résines thermodurcissables sont résumées **Tableau 4-1**.

Tableau 4-1. Caractéristiques des résines thermodurcissables durcies [3,4]

Propriétés de la résine	polyester	époxyde	phénolique
Masse volumique (kg/m ^{3})	1200	1100 - 1500	1200
Module d'élasticité en traction (GPa)	2,8 – 3,5	3 - 5	-
Contrainte à la rupture en traction (MPa)	50 - 80	60 - 80	40
Déformation à la rupture en traction (%)	2 - 5	2 - 5	2,5
Module d'élasticité en flexion (GPa)	3 – 4,5	-	3
Contrainte à la rupture en flexion (MPa)	90 - 130	100 - 150	90
Déformation à la rupture en flexion (%)	7 - 9	-	-

- *Les polymères thermoplastiques (TP)*

Les résines thermoplastiques peuvent être classées en des résines de grande diffusion et des résines hautement techniques. Ce sont des polymères tels que le polypropylène, le polyéthylène le polystyrène, le polyamide et le polychlorure de vinyle (PVC). Les polymères TP, contrairement aux TD, sont fusibles et solubles. Ces résines sont, pour la plupart, présentes sous forme rigide (filament) et ensuite chauffées afin d'atteindre un état liquide/pâteux afin de permettre l'imprégnation. Elles peuvent subir des cycles de chauffage et de refroidissements successifs, pour cette raison elles peuvent être recyclées. Les résines thermoplastiques ont une meilleure tenue au choc. Elles sont fréquemment utilisées pour leur faible coût. Cependant, les propriétés mécaniques et thermiques sont plus faibles.

Les propriétés des résines thermoplastiques les plus utilisées, polypropylène et polyamide, sont données dans le **Tableau 4-2**.

Tableau 4-2. Caractéristiques des résines thermoplastiques durcies [3,4]

Propriétés de la résine	polypropylène	polyamide
Masse volumique (kg/m ^{3})	900	1140
Module d'élasticité en traction (GPa)	1,1 – 1,4	1,2 – 2,5
Contrainte à la rupture en traction (Mpa)	20 – 35	60 – 85

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Plus récemment, différents types de résines biosourcées ont été introduites afin de remplacer ces résines issues de la pétrochimie. Ces résines sont fabriquées avec des polymères d'origine renouvelables tels que la cellulose, la canne à sucre, l'huile de soja ou les coquilles de noix de cajou [5].

Des additifs peuvent être ajoutés en faible proportion afin d'améliorer les propriétés du composite. Ainsi, un catalyseur, un accélérateur ou un durcisseur sont ajoutés pour améliorer les réactions chimiques et augmenter la réticulation des chaînes. Un stabilisant comme un anti-UV est utilisé pour retarder l'altération prématurée de la structure avec les agressions des rayons UV. D'autres additifs comme les agents de démoulage ont pour rôle de réduire les frottements du polymère pour favoriser le démoulage et faciliter le façonnage de la résine.

4.1.2 Techniques d'élaboration

Le procédé de mise en œuvre consiste à donner au renfort sec la géométrie souhaitée et de l'imprégner de résine afin d'obtenir un matériau rigide ou composite.

De nombreuses techniques d'élaboration des matériaux composites existent et évoluent selon les cahiers des charges et la demande industrielle. En effet, la répétitivité des produits, l'optimisation et le contrôle des procédés à forte production et les géométries de plus en plus complexes des pièces conduisent au développement de différentes techniques d'élaboration.

- *Moulage au contact*

Cette technique est l'une des premières et la plus basique des méthodes utilisées. Le moulage au contact consiste à étaler la résine manuellement sur les couches de renforts disposées dans un moule. Cette méthode n'est pas adaptée aux pièces à hautes performances en raison de l'importance de l'erreur humaine lors de l'application de la résine et le rythme de travail limité. Néanmoins, elle offre une facilité d'application avec un minimum de coût. Le deuxième type de moulage possible est le moulage par projection : le principe est similaire à celui au contact mais le mélange résine/fibres est appliqué à l'aide d'un pistolet dans un moule. Pour cette méthode aussi, beaucoup d'incertitudes se posent quant à la qualité de la pièce finale et son homogénéité. Ces deux procédés sont de moins en moins utilisées pour les composites hautement techniques [6].

- *Liquid Composite Moulding : LCM*

Les procédés LCM consistent en un moulage par transfert de résine. On peut dénombrer deux grandes familles : Resin Transfer Moulding (RTM) et Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding (VARTM), appelé aussi infusion sous vide. Ces procédés sont appelés « procédés moule fermé » étant donné que le renfort sec est déposé sur un moule fermé puis la résine est ajoutée dans l'ensemble. Ainsi, lors de l'imprégnation, les utilisateurs ne sont pas exposés aux COV, ces techniques sont généralement automatisées, moins couteuses et adaptées aux grandes productions. La différence entre les procédés RTM et l'infusion sous vide (VARTM) se résume dans la méthode d'introduction de la résine [6-8].

- *Infusion sous vide (VARTM)*

L'infusion sous vide consiste à déposer les couches de renforts entre un moule et une membrane imperméable appelée bâche. L'imprégnation est réalisée grâce à l'écoulement de la résine à l'aide d'un drain, comme une grille d'infusion, placé sur le renfort. Cet écoulement est entrainé dans l'ensemble sous l'effet de la pression atmosphérique assistée

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

par une pompe à vide (voir **Figure 4-2**). L'infusion de la résine, la fermeture du moule et le compactage de la pièce est assuré par ce vide. Le procédé d'infusion réduit les coûts en remplaçant le contre moule par une bâche plastique. Par contre, le taux de résine est limité (l'épaisseur de la plaque diffère selon le niveau de compactage) et l'état de surface est hétérogène en comparant les deux côtes. De plus, ce procédé est plus adéquat pour les productions de petites séries [9,10].

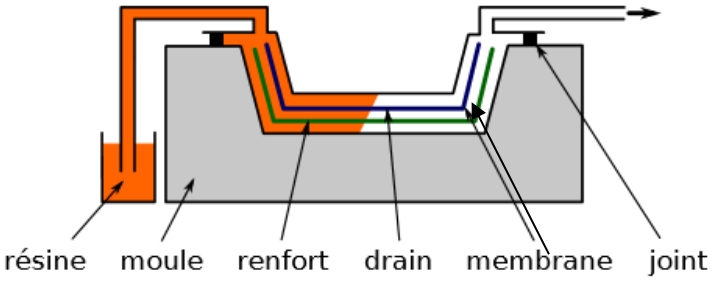


Figure 4-2: Technique de l'infusion sous vide [7]

- *Procédé RTM*

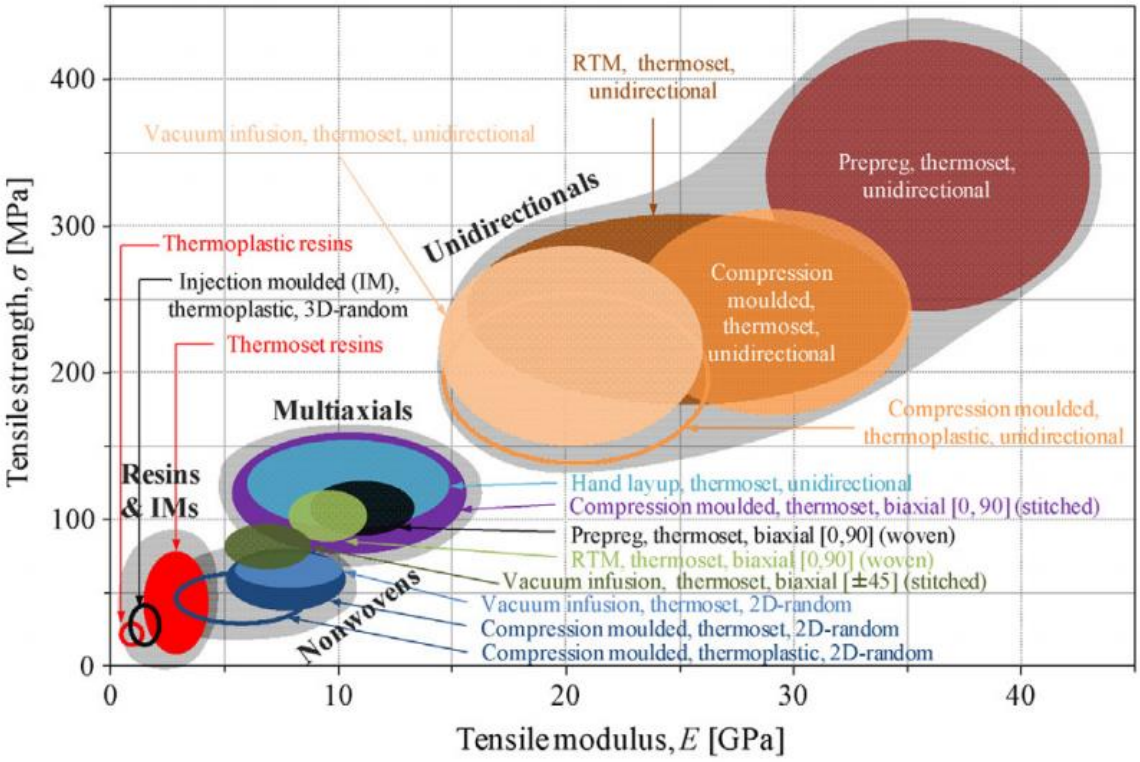
Le procédé RTM, appelé aussi moulage par injection, est très utilisé dans l'industrie du transport. La technique d'élaboration se décompose en quatre étapes (voir **Figure 3-31**). Ce procédé consiste à emboutir le renfort dans un moule constitué d'une matrice et d'un poinçon. La résine liquide est injectée et polymérisée par différents cycles de cuisson jusqu'à l'obtention de la pièce finale. La présence du serre-flan et de la pression aide à limiter le glissement de l'ensemble renfort/tissu et à réduire les plis et les défauts possibles sur le renfort sec très sollicité en déformation et en cisaillement. La pression appliquée lors de la fermeture du moule est comprise entre 2 et 11 bars. Contrairement à l'infusion sous vide, cette technique permet de contrôler l'épaisseur de la pièce finale d'où une bonne homogénéité ainsi qu'une bonne reproductibilité. Pour cette raison, cette méthode est souvent utilisée pour la production à grande série. Il est aussi possible de produire des pièces ayant des formes complexes tout en gardant les propriétés mécaniques des renforts [8,11-13].

Les étapes de mise en œuvre pour ce procédé RTM seront détaillées dans le chapitre 6.

En termes de propriétés mécaniques des composites élaborés, D.U. Shah [14] a réalisé un classement à l'aide de la méthode Ashby selon les procédés de fabrication et les architectures de renfort (voir **Figure 4-3**). Cette méthode permet de bien choisir le type de renfort, de matrice ainsi que le procédé de fabrication selon les propriétés mécaniques ciblées. Ainsi, on peut remarquer que l'évolution de la résistance mécanique en fonction de la rigidité en traction dépend du type de renfort choisi et de la technique d'élaboration. Ainsi, quatre sous groupes se distinguent par leur propriétés mécaniques : les composites par injection –moulage à base de fibres courtes qui possèdent les propriétés mécaniques les plus faibles, suivi par le sous groupe d'orientation aléatoire non tissé, arrivent après les renforts multiaxiaux comme par exemple les tissus et finalement les composites les plus performants sont les unidirectionnels. Par conséquent, l'effet de la longueur et l'orientation des fibres est prédominant sur la sélection. En second, à l'intérieur du même sous groupe, un autre classement apparait en fonction de la matrice et de la technique d'élaboration choisies. Pour le renfort unidrectionnel, la technique d'élaboration a un effet plus important que les renforts multiaxiaux et non tissés.

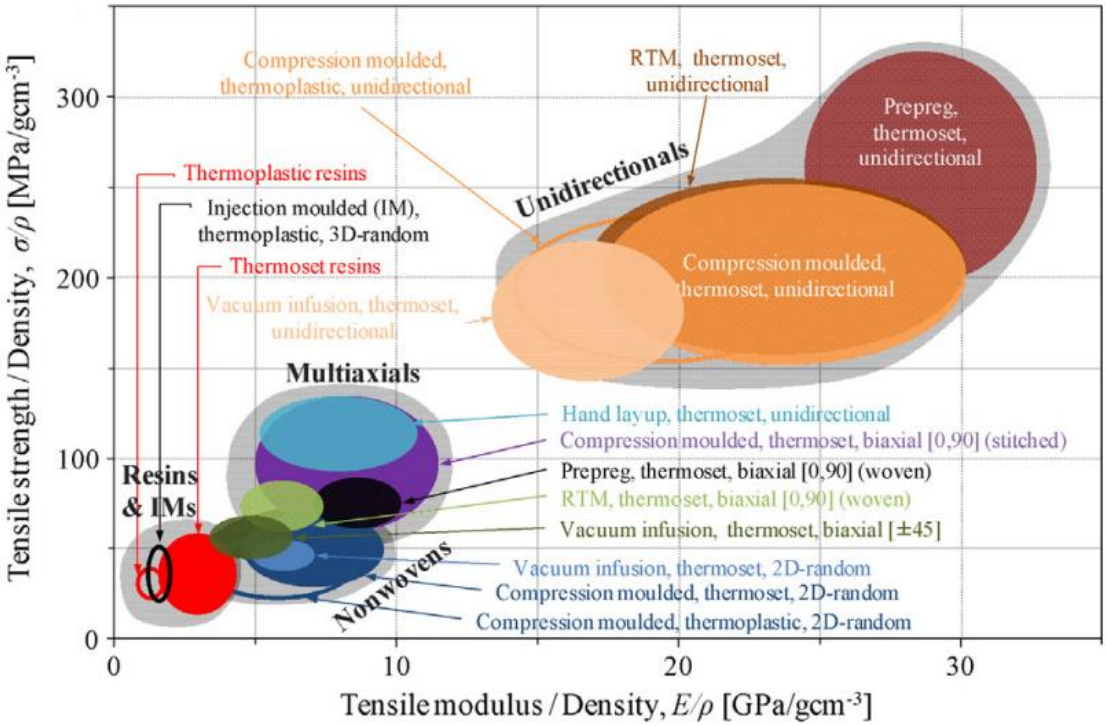
© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

En ce qui concerne les composites en fibres de lin, les procédés les plus fréquents sont la thermocompression, l'injection, le procédé RTM et l'infusion sous vide. Pour l'injection de fibres courtes aléatoire avec une résine PP, on obtient, pour un taux volumique de fibres de 22%, un module de 1,7 GPa et une contrainte de traction de 17 MPa [15]. En revanche, le procédé RTM combiné avec des renforts unidirectionnels à base de fibres longues permet d'avoir une meilleure résistance mécanique : par exemple pour un taux volumique de fibres autour de 42-43%, le module et la contrainte de traction atteignent respectivement 26,9 GPa et 251 MPa pour une résine PP [16] et 35 GPa et 280 MPa pour une résine époxy [17].



(a)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(b)

Figure 4-3: Méthode d'Ashby pour la sélection des matériaux en fibres végétales selon le type de renforcement, la matrice et le procédé de fabrication en fonction : (a) Propriétés en traction, (b) Propriétés spécifiques en traction [14]

4.1.3 Les propriétés des composites en fibres de lin

La performance du composite dépend de plusieurs paramètres tels que la nature des fibres, la torsion du fil, la structure de renfort utilisée (UD, quasi-UD, tissu etc…), les traitements appliqués, le taux volumique de fibres, le procédé de fabrication, la nature de la matrice et l'interface fibre/matrice [18,19]. Les influences de l'architecture du renfort, la torsion du fil et les traitements sur la fibre et sur le renfort sec ont été abordées dans les chapitres précédents.

A l'échelle composite, le taux volumique de fibres est le premier pramètre à considérer étant donné que la présence des fibres influence les propriétés mécaniques [20]. Néanmoins, ce taux de fibres possède une valeur maximale critique à partir de laquelle les propriétés mécaniques du composite se dégradent. En effet, le volume de résine devient très faible et la structure reste sèche augmentant ainsi le taux du vide. Cette valeur est réliée à l'orientation des fibres, l'empilement du renfort et au procédé de fabrication [21]. Madsen et al. [22] ont constaté que le taux volumique maximal de fibres (V_f), pour les composites à base de lin et de chanvre, sont approxiamtivement de 40% pour les renforts non tissés et 60% pour les tissus unidirectionnels. Pour les composites avec un renfort orienté (unidirectionnel ou tissu), si on suppose que la matrice a permis de transmettre parfaitement la charge jusqu'à la rupture, la rigidité mécanique (E) peut être estimée à partir de la loi de mélange (**Figure 4-4**) [5]. Elle suit l'équation suivante:

$$E = V_{fibre} \times E_{fibre} + V_{matrice} \times E_{matrice} \qquad \text{(Équation 1)}$$

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Avec
E : rigidité mécanique du composite
V_{fibre}: fraction volumique des fibres
E_{fibre} : rigidité mécanique des fibres
$V_{matrice}$: fraction volumique de la matrice
$E_{matrice}$: rigidité mécanique de la matrice

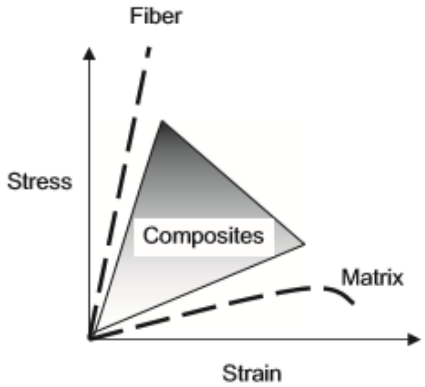


Figure 4-4: Performances d'un matériau composite par rapport à la fibre et la matrice [5]

L'autre paramètre prédominant est l'effet de l'interface entre la fibre et la matrice. En effet, une bonne adhésion entre ces deux constituants améliore la transmission de l'effort et ainsi la réponse mécanique. Néanmoins, cette adhésion peut être altérée avec certains types de matrice en raison d'incompatabilités avec la fibre végétale : certaines matrices sont hydrophobes alors que la fibre végétale est fortement hydrophile [23,24]. Pour cette raison, l'amélioration de l'affinité entre la fibre de lin et la matrice est souvent réalisée au moyen de différents traitements physiques [25,26], chimiques [27,28] et mécaniques [29].

Ce caractère hydrophile de la fibre rend le matériau composite sensible à l'humidité relative (HR%) de son environnement. Les fibres de lin et plus généralement les fibres végétales peuvent absorber d'importantes quantités d'humidité ce qui peut causer la fragilisation de l'interface avec les polymères de la matrice et la dégradation des performances mécaniques [30-32]. De nombreuses études ont essayé de quantifier l'influence de ce paramètre. Arbelaiz et al. [27] a étudié l'effet de l'humidité avec des immersions totales dans l'eau des composites en lin et polypropylène. Une importante augmentation en apport d'eau est observée de 1% à 15% pour un taux volumique de fibres respectifs de 20% à 60%. D. Zhang et al. [33] ont examiné l'impact de l'absorption de l'humidité sur la résistance au cisaillement interfaciale et les propriétés en flexion d'un composite à base de lin et de polyester insaturé. La procédure de caractérisation utilisée est la méthode des microgouttes. Cette étude a démontré l'importance des conditionnements et de déshumidification lors de la fabrication d'un composite à base de fibres naturelles. En effet, la résistance au cisaillement a diminué brusquement à partir d'une humidité relative HR% de 70% atteignant une réduction de plus de 80% à une HR% de 90%, ce qui provoque la diminution des propriétés mécaniques du matériau composite.

Dans son étude des propriétés en traction des composites en fibres cellulosiques, Symington et al. [34] a analysé les modules et déformations de rupture à des HR de 50%, 60% et 90%. Les fibres d'abaca absorbent une grande quantité d'eau lors d'un essai d'immersion totale avec un gain en masse de 164% alors que le matériau en lin gagne 120% en masse. Il a aussi observé un effet négatif de l'humidité sur la résistance en

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

traction et le module alors qu'aucun effet significatif n'est remarqué sur la déformation à la rupture.

4.2 Elaboration du composite : protocole utilisé

4.2.1 Infusion sous vide

Les renforts tissés et quasi-UD, décrits au chapitre 3, ont été utilisé lors de la fabrication des plaques composites par le procédé d'infusion sous vide. On a opté pour cette technique en raison des bonnes propriétés mécaniques, bonne qualité et homogénéité ainsi que le faible coût. Certes une meilleure résistance mécanique et un taux de fibres élevé peuvent être obtenus avec d'autres procédés mais l'infusion sous vide est plus stable et reproductible. Pour cette raison, elle est fréquemment utilisée dans le marché des fibres naturelles. La résine utilisée est une résine Epoxy (de référence SICOMIN SR8200). Le choix de la résine époxy a été fait en raison de son faible coût. De plus, afin d'avoir une étude comparable avec les composites en fibres de verre, il est important de prendre le même arrangement d'architecture du renfort, de résine et de paramètres procédés.

La résine est mélangée à un agent durcisseur SD820, suivant une proportion massique résine/durcisseur de 100/37 g. La résine époxy a un module de traction de 3,1 GPa, une résistance à la traction de 81 MPa et une déformation à la rupture de 5,7% conformément à la fiche technique. Le mélange résine/durcisseur permet d'obtenir une faible toxicité et des performances élevées pour une production de grandes et petites pièces. La réactivité de ce mélange est adaptée à une imprégnation au contact, sous presse ou sous vide. Elle nécessite une cuisson entre 60-70°C. De plus, la densité du mélange résine/durcisseur après durcissement a été calculée et elle est égale à 1,2. Le cycle de polymérisation choisi est plutôt rapide afin d'éviter un contact prolongé avec l'humidité atmosphérique.

Le procédé de l'infusion sous vide suit les étapes suivantes (**Figure 4-5**) :

- Découpe des renforts selon les dimensions voulues
- Dépôt des renforts secs sur le moule nettoyé et préparé (phase de stratification)
- Préparation du moule (pression 1 bar) par la fermeture de l'ensemble {renfort, tissu d'arrachage, grille d'infusion, bâche} avec des joints d'étanchéité
- Vérification du vide à l'intérieur de la pièce assuré par une pompe (pression atmosphérique)
- Injection de la résine liquide dans le moule fermé
- Polymérisation de la résine (différents cycles de cuisson et post-cuisson possibles)
- Démoulage du composite

Les plaques composites ont été fabriquées en superposant 7 couches de renforts selon la même orientation et suivant la même séquence. Le cycle de durcissement a été effectué sous pression de 1 bar : avec un repos de 24 heures à température ambiante suivi d'une cuisson à 60°C pendant 6 heures. Le cycle de cuisson aide la résine époxy à atteindre les performances mécaniques maximales. Durant ce cycle, les dimensions du matériau restent inchangées étant donné que cette résine ne présente qu'un léger retrait suite à la cuisson.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Pour pouvoir comparer les plaques de composites entre elles, une bonne répétitivité est nécessaire. Pour cette raison, les conditions du test (température, humidité, pression) et le protocole (nombre de couches et séquence d'empilement) restent inchangés.

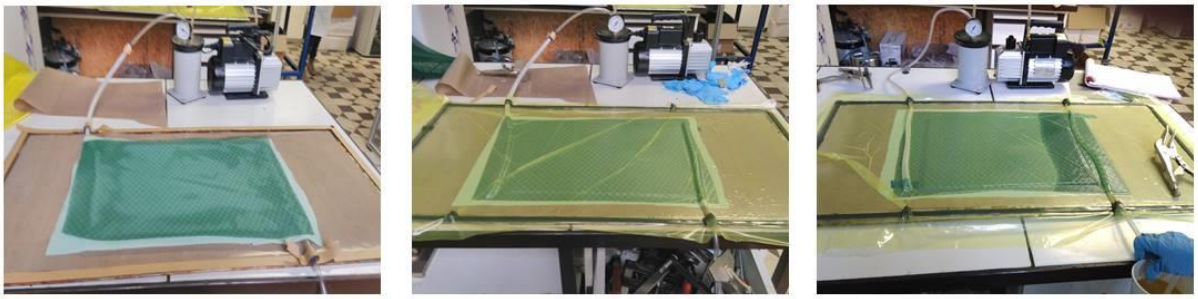


Figure 4-5: Protocole utilisé pour le procédé d'infusion sous vide

4.3 Résultats expérimentaux

La caractérisation des propriétés physiques est opérée par la mesure de l'épaisseur, du taux volumique de fibres et du taux de vide des plaques réalisées. L'identification du comportement mécanique se limite dans ce chapitre au comportement en traction (**Tableau 4-3**).

Tableau 4-3. Tests de caractérisation composite

Test	Norme	Equipement	Nb d'éprouvettes	Conditions de l'essai
Fraction volumique des fibres		Balance		Calcul pratique
Traction uni axiale	ISO 527 [35]	Banc de traction INSTRON	7 essais/ direction	Dim. Éprouvette : 240*20 mm² Long. entre les mors : 115 mm Vitesse essai : 2 mm/min
Observations microscopiques MEB	-	Microscope	-	

4.3.1 Calcul du taux volumique de fibres

La fraction volumique des fibres dans le composite varie en fonction du renfort utilisé. En plus du mélange renfort/résine, l'existence du vide n'est pas négligeable. En effet, ce paramètre a une forte influence sur les propriétés du composite. De ce fait, une fois que la fraction volumique fibre (V_f) est déterminée, le volume du composant permet de déduire le taux de vide dans le composite. Les masses du renfort avant infusion et du composite ont été mesurées pour un calcul pratique de la fraction volumique. De plus, la densité moyenne de chaque renfort a été prise en compte avec une densité moyenne des fibres de lin équivalente à 1,4 et une densité de la résine durcie de 1,2. Ces densités ont été données par les fiches techniques correspondantes.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Une bonne adhésion entre la matrice et le renfort résulte en une augmentation des propriétés mécaniques [24]. Pour cette raison, plusieurs traitements existent afin d'améliorer l'adhésion fibre/ matrice. Pour notre étude, aucun traitement n'a été réalisé d'où l'importance de prendre en compte le taux du vide et d'analyser l'imprégnation et la porosité avec des images microscopiques de la section du composite.

Avec l'infusion sous vide, la masse de la résine initiale est difficile à mesurer vu les pertes lors de ce procédé (tubes d'entrée, de sortie, pot de la résine…). Pour cette raison, le calcul s'est basé sur l'hypothèse que la masse de la plaque finale est la somme de la masse des fibres (renforts) et de la résine.

Données mesurées :

- Masse et épaisseur du renfort
- Masse et dimensions du composite réalisé
- Epaisseur du composite

Les calculs ont été réalisés en utilisant les équations suivantes :

- <u>Taux de fibres</u> :

$$Vf = \frac{n \times Ms}{e \times \rho f} \qquad \text{(Equation 2)}$$

Avec
Vf : taux volumique des fibres en %
n : nombre de couches de renforts
Ms : masse surfacique moyenne du renfort en $g.m^{-2}$
e : épaisseur de la plaque composite en mm
ρf: densité du lin égale à 1400

- <u>Volume de la matrice</u> :

$$Vm = \frac{Mr}{\rho r} \qquad \text{(Équation 3)}$$

Avec
V_m : taux volumique de la matrice en %
M_r : masse de la résine en g (Masse totale – Masse du renfort)
ρ_r : densité de la résine 1200

- <u>Taux du vide</u> :

$$Vvide = 100 - Vf - Vm \qquad \text{(Equation 4)}$$

Avec
V_{vide} : taux volumique du vide
V_f : taux volumique des fibres en %
V_m : taux volumique de la matrice en %

- <u>Volume total</u> :

Le calcul du volume du composite a été réalisé avec les mesures des dimensions de la plaque.

$$Vtotal = L \times l \times e \qquad \text{(Equation 5)}$$

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Avec
V_{total} : volume total en m^3
L : longueur de la plaque composite en m
l : largeur de la plaque composite en m
e : épaisseur de la plaque composite en m

- Densité du composite :

$$\rho c = \frac{Mc}{Vtotal} \qquad \text{(Equation 6)}$$

Avec :
ρ_c: densité du composite
M_c : masse du composite pesé en g
V_{total} : volume total calculé en m^3

Les échantillons composites ont été réalisés à partir des renforts tissés et quasi UD, présentés au chapitre 3. Ces renforts ont été élaborés à partir des 3 fils exposés au chapitre 2. Les caractéristiques de ces composites sont présentées dans le **Tableau 4-4**, dans lequel la dénomination adoptée pour les renforts et les fils a été reprise. On a choisi de mettre 7 couches de chaque renfort afin d'atteindre une fraction volumique de fibres de 30% à 40%.

Tableau 4-4. Caractéristiques des composites testés

Echantillon	Renfort	Nombre de couches	Fraction volumique des fibres(%)	Epaisseur ± 0,1 (mm)	Densité du composite	Taux de vide(%)
Composite TI1	TI1-Y2-DS	7	33	3,4	1,2	4
Composite TI2	TI2-Y2-DSI	7	37	3,4	1,2	6
Composite TI3	TI3-Y2-DSC	7	48	2,4	1,22	7
Composite TI4	TI4-Y2-Ecru	7	33	3,5	1,19	4
Composite UD1	UD1-Y1-LB9.5	7	32	3,5	1,12	3
Composite UD2	UD2-Y2-E9.5	7	33	3,9	1,21	3
Composite UD3	UD3-Y3-ROV1050	7	39	2,9	1,23	2

Les taux volumiques de fibres sont entre 32-39% pour les composites renforcés par les tissus traités et les quasi-UD. La plupart des échantillons sont quasi-équivalents à l'exception du composite TI3, à base du tissu désencollé séché calandré (TI3-DSC-Y2), avec un taux de fibres atteignant 48%. En comparant les composites renforcés par les tissus traités, le désencollé séché TI1 et l'écru TI4 présentent le même taux volumique de fibres de 33%. Le composite TI3 possède un V_f (taux volumiques des fibres) élevé de par l'opération de calandrage qui réduit considérablement l'épaisseur du renfort et par conséquent celle du composite en le saturant de fibres. Ainsi, le taux de fibres est plus élevé pour ce composite. Pour les composites à base des quasi-UD, le taux volumique de fibres, pour les composites à base de fil long brin et de fil étoupe (UD1, UD2), est d'environ 33%. Néanmoins, pour le composite UD3 le V_f atteint 39%. En effet, le Roving

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Y3 est un fil possédant une faible torsion avec des fibres principalement orientées sur le même axe donc il est apte à se comprimer plus pendant le procédé d'infusion sous vide. Ce qui peut expliquer ce V_f plus élevé avec le composite UD3 en comparaison avec les autres composites quasi-UD.

En comparant avec les composites en fibres de verre, les valeurs trouvées pour le lin sont plus basses [36], le taux volumique de fibres de verre maximal avec le procédé d'infusion sous vide est autour de 50-60%. Ceci peut être le résultat de la complexité d'imprégner les fibres naturelles. Dans la littérature, les résultats pour les plaques renforcées avec des fibres de lin et une résine époxy réalisées avec l'infusion sous vide sont de : 37% pour des plaques de 8 couches de renfort de lin sergé 2/2 (étude de J.M.F.A. Blanchard [37]) et 42% pour 14 couches de sergé 2/2 en lin (travaux de N. Cuinat-Guerraz [38]). Par ailleurs, Shah et al. [39] ont démontré, que la limite de taux volumique de fibres avec des renforts à base de fil tordu, est d'environ 59%, ce qui est impossible à atteindre avec le procédé d'infusion sous vide.

En outre, les résultats montrent aussi une densité du composite équivalente à 1,2 pour toutes les plaques. Hormis pour les composites TI2 et TI3, on peut noter que le taux de vide reste faible d'où une bonne imprégnation par la résine lors de l'infusion sous vide.

4.3.2 Propriétés mécaniques en traction uni-axiale

La caractérisation mécanique a été effectuée par des essais de traction (à température ambiante) sur des éprouvettes découpées dans la direction chaine et la direction trame pour les composites élaborés avec des tissus (TI1, TI2, TI3, TI4) et seulement dans la direction trame pour les composites élaborés à partir des quasi-UD (UD1, UD2, UD3). En effet comme détaillé dans le chapitre 3, les quasi-UD sont tissés en trame à partir des 3 fils considérés, et en direction chaine un simple fil de 26 tex assure le liage. Les essais de traction ont été réalisés avec un minimum de 7 éprouvettes et selon la norme ISO 527[35]. La machine utilisée est le banc INSTRON avec des mors pneumatiques permettant d'éviter le phénomène de glissement lors du test. Les paramètres mesurés sont la contrainte à la rupture et la déformation associée. Cette dernière mesure est faite à l'aide d'un extensomètre vidéo, placé dans la direction longitudinale, permettant ainsi de mesurer localement la déformation. En effet, deux points distancés de 50 mm sont marqués sur l'éprouvette, la détection de ces deux points par le dispositif permet de mesurer la déformation réelle dans la zone utile. La déformation est mesurée automatiquement et la contrainte est définie par le rapport de la force mesurée par la section.

Dans la littérature, un comportement non linéaire est souvent observé pour les composites à base de fibres de lin et de résine époxy [39-45]. La courbe peut être divisée en trois régions distinctes comme indiqué sur la **Figure 4-6**. Une première région linéaire apparaît pour des faibles déformations, cette région est associée au comportement linéaire élastique du matériau. S'ensuit une deuxième région d'adoucissement avec un changement rapide de la pente tangente, ce phénomène peut être dû au comportement viscoélastique des fibres de lin. La dernière région représente le durcissement de la déformation qui augmente proportionnellement avec la contrainte avant la rupture totale du matériau. L'allure des courbes de la contrainte en fonction de la déformation dépend fortement de l'architecture du renfort [46].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

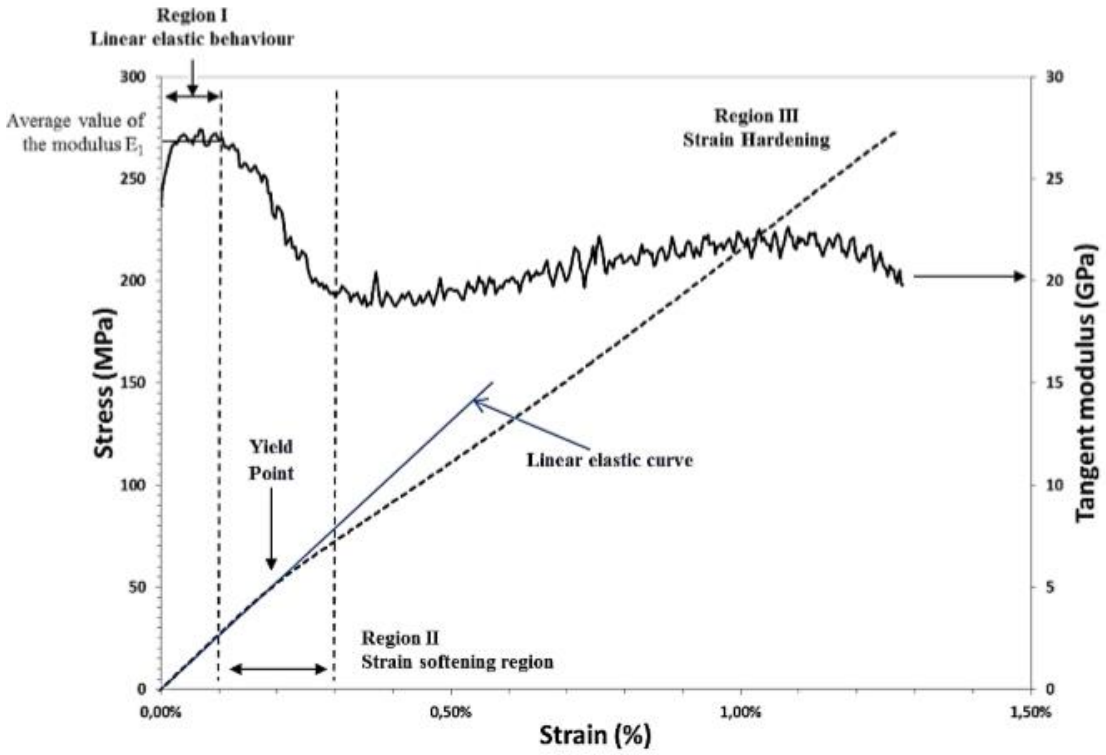


Figure 4-6: Exemple d'un comportement non linéaire de composite à base de renfort unidirectionnel en lin [42]

La courbe moyenne de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation des échantillons composites renforcés par les tissus traités et les quasi-UD est reportée respectivement sur la **Figure 4-7** et la **Figure 4-8**. Dans les deux directions, peu de variabilité est constatée dans les essais de traction pour les différentes plaques notamment dans la direction trame. Cette dispersion augmente légèrement dans la zone de la courbe avant rupture. Avec cette faible dispersion, on peut conclure que les résultats sont représentatifs pour chaque lot d'éprouvettes.

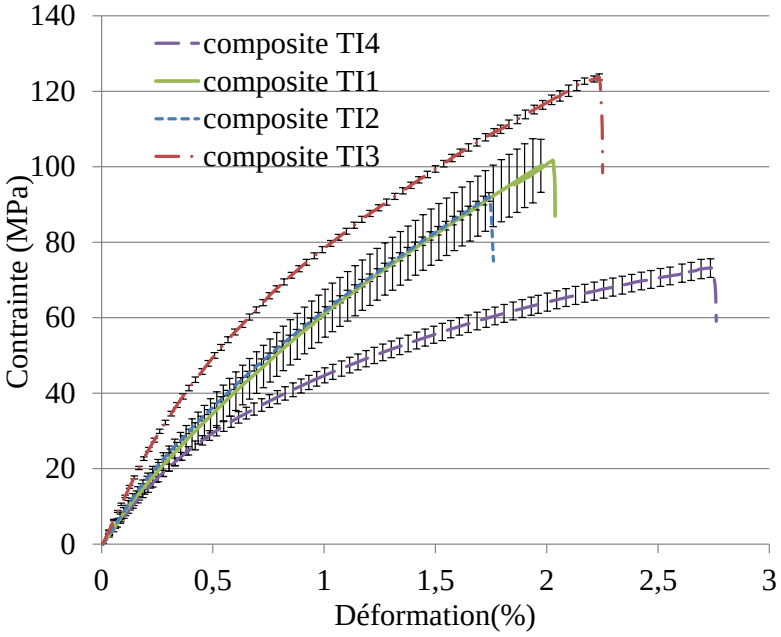
L'allure des courbes obtenues (**Figure 4-7** et **Figure 4-8**) est non linéaire : la position du point d'inflexion entre les deux zones (partie linéaire et non-linéaire) permet de dissocier le comportement en traction à l'aide de deux modules tangents. Un 1er module calculé dans un intervalle de déformation entre 0-0,2%, et un second dans la gamme de déformation entre 0,3-0,5%. La diminution du second module relativement au premier, exprimé également en termes de rapport entre ces deux modules caractérise le phénomène d'adoucissement du matériau jusqu'à la rupture de l'éprouvette. En plus de ces deux modules, les valeurs de la contrainte et de la déformation à rupture caractériseront le comportement en traction de ces composites.

- *Comportement des composites renforcés par les tissus*

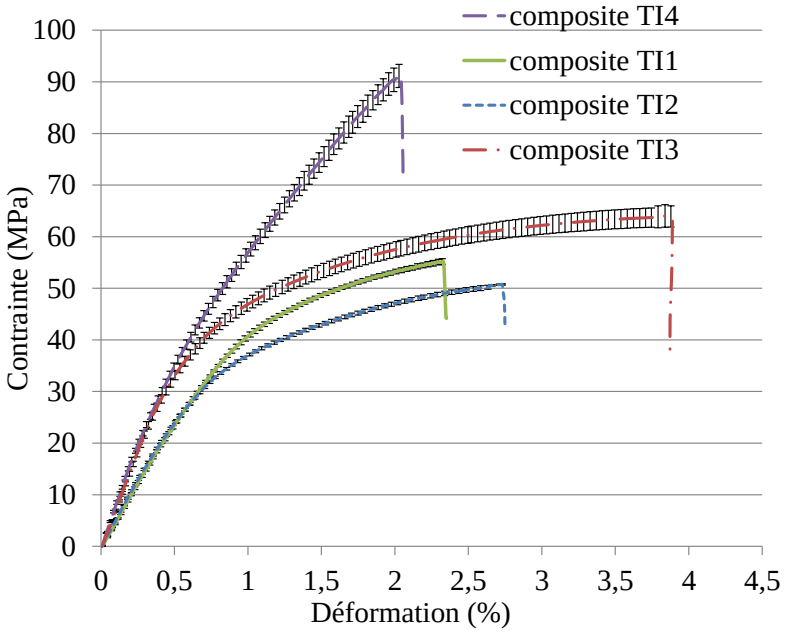
Dans la direction chaîne (**Figure 4-7*(a)***), les courbes des composites renforcés avec des tissus présentent la même allure. Mais les résultats obtenus diffèrent selon le traitement utilisé. Le composite en tissu écru (TI4) possède la résistance la plus faible alors que le composite TI3 exhibe la résistance la plus élevée ce qui peut être expliquée par le taux volumique de fibres plus élevé et par conséquent l'obtention de meilleures propriétés. Concernant la résistance, les composites TI1 et TI2 sont quasi-identiques mais le composite TI1 est plus dispersé. En termes de déformation à rupture, on peut noter que le composite TI4 présente la valeur la plus élevée et le composite TI2 la plus faible.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Dans la direction trame (**Figure 4-7(b)**), on peut constater de manière générale un comportement mécanique en termes de résistance à rupture plus faible qu'en direction chaine, hormis pour le composite TI2, qui semble le moins anisotrope. Malgré un taux de fibres plus important le composite TI4, dans cette direction, ne présente pas la résistance à rupture la plus élevée. Comme dans la direction chaine les composites TI1 et TI3 montrent des résistances à rupture similaires, par conséquent l'effet du traitement d'ignifugation ne semble pas influer, à cette échelle composite, sur la résistance à rupture. Par contre on peut constater sur la déformation à rupture, une inversion de tendance, pour ces composites et relativement à la direction chaine, avec une déformation à rupture plus faible pour le composite TI4, et plus élevée pour le composite TI3.



(a) Direction chaine



(b) Direction trame

Figure 4-7: Courbes de traction pour les composites des tissus traités en fonction de la déformation dans la direction (a) chaine et (b) trame

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- *Comportement des composites renforcés par les Quasi-UD*

Les courbes de traction, direction trame, des trois composites UD1, UD2, UD3 sont représentées sur la **Figure 4-8**. Elles montrent un comportement mécanique, qui en termes de résistance, est plus élevé que celui des composites élaborés à partir des tissus. Ce premier résultat est en accord avec ceux décrits dans la littérature [40-42]. Le composite UD3, avec un taux de fibres plus important présente, parmi ces 3 échantillons, le comportement le plus élevé. Les composites UD1 et UD2, avec des taux de fibres comparables, montrent un comportement assez similaire en termes d'allure des courbes, de déformations à rupture, même si le composite UD1 présente une résistance à rupture plus importante.

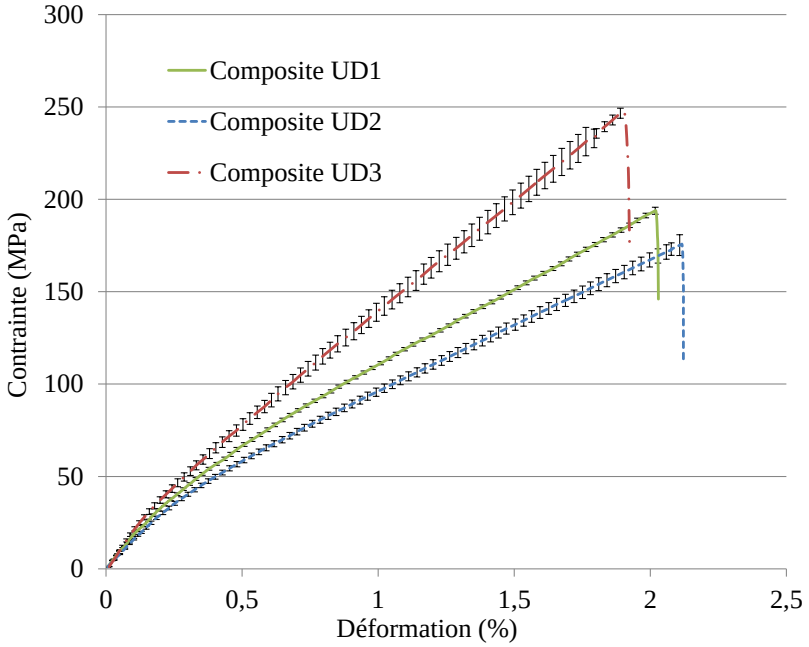


Figure 4-8: Courbes de traction pour les composites quasi-UD en fonction de la déformation dans la direction trame

4.3.3 Observations microscopiques : MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique pour oberver les faciès de rupture des éprouvettes et par conséquent analyser le comportement des composites en fibres naturelles. Cette technique permet d'obtenir des images à haute résolution de la surface d'un échantillon afin de détecter d'éventuels problèmes d'imprégnation, fissures, porosités, etc. Afin de comprendre le mécanisme d'endommagement et de rupture, les images MEB viennent compléter les essais mécaniques. Elles ont été réalisées pour étudier les faciès de rupture de la section d'une éprouvette de composite après les essais de traction.

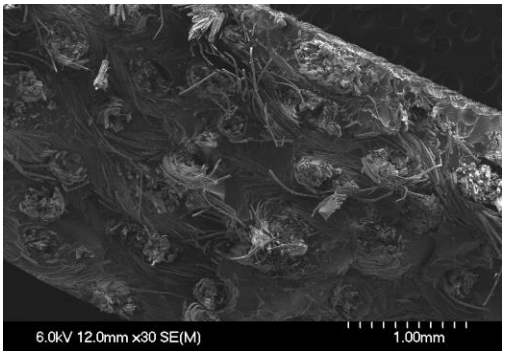
Les premières images MEB, avec un grossissement ×30, sont présentées dans la **Figure 4-9**. Elles montrent une imprégnation homogène à l'intérieur des couches de renforts. Le comportement de rupture est net et visible par la casse et l'arrachage des fibres. Ces fibres dans les faciès de rupture paraissent sèches : probablement dues à leur arrachage sous les fortes sollicitations. Dans la littérature, Kersani et al. [47] ont constaté que les mécanismes d'endommagement dans un composite de quasi-UD en fibres de lin sont essentiellement des ruptures qui sont transférées au fil et au renfort par glissement respectivement de la

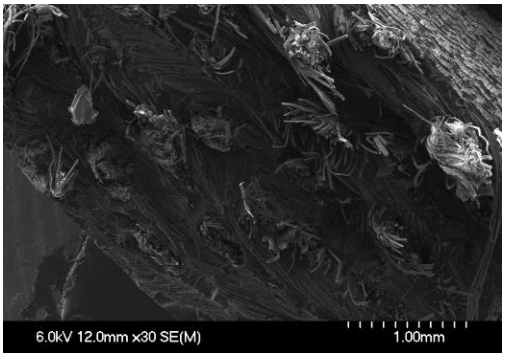
© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

fibre et du fil. Donc, la rupture se produit initialement dans les fibres élémentaires et les fissures se diffusent le long de l'interface entre les fibres et la matrice. Avec la résine époxy, lorsqu'il est soumis à une sollicitation mécanique, le composite a tendance des fissures inter-laminaire de la matrice.

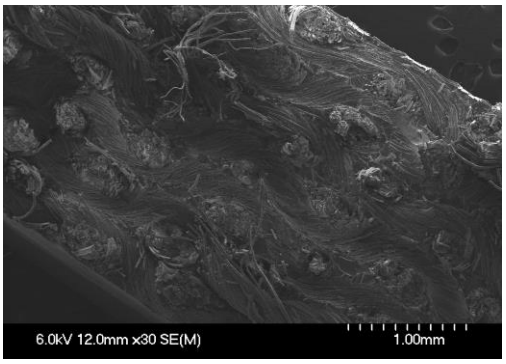
En comparant les deux directions, à l'exception du composite UD2, les sections sont semblables donc le mécanisme de rupture est le même en chaine qu'en trame. Pour le composite TI3-DSC, l'imprégnation de la résine paraît plus difficile étant donné le taux élevé de fibres. En effet, toute la structure est compressée à cause du calandrage, traduisant cette zone très sèche saturée en fibres ainsi que l'absence des traces de la matrice.

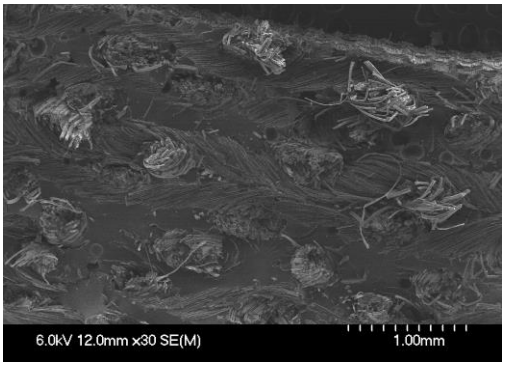
Composite TI1-Y2-DS

CH : 

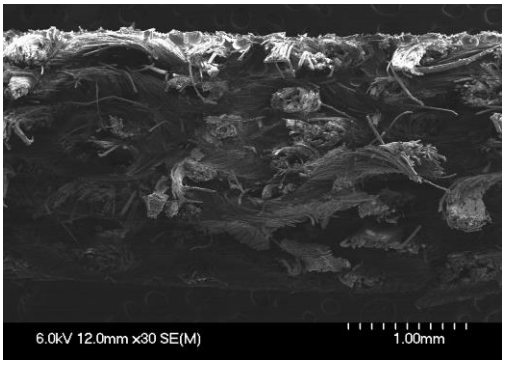
TR : 

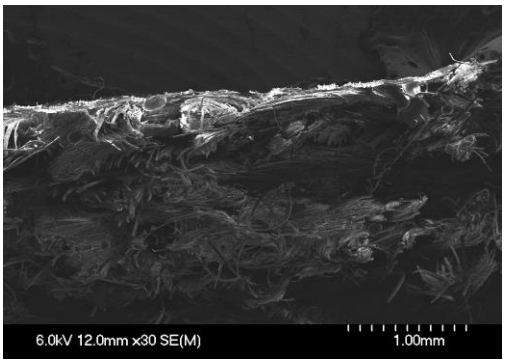
Composite TI2-Y2-DSI

CH : 

TR : 

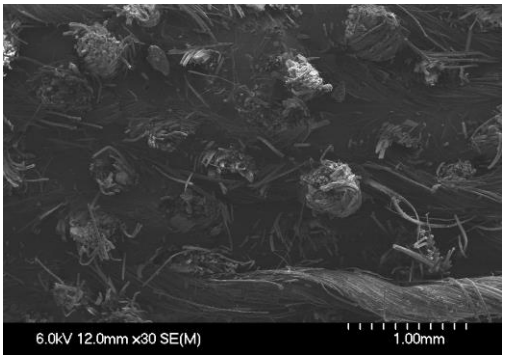
Composite TI3-Y2-DSC

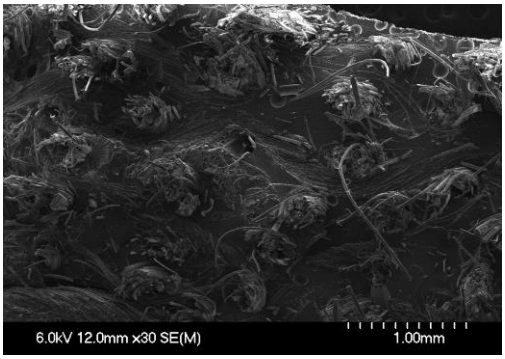
CH : 

TR : 

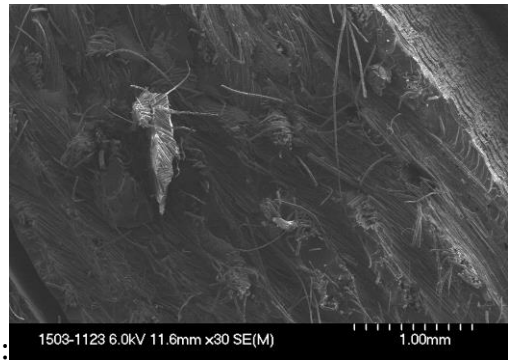
© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Composite TI4-Y2-Ecru

CH : 

TR : 

Composite UD2-Y2-E9.5

CH : 

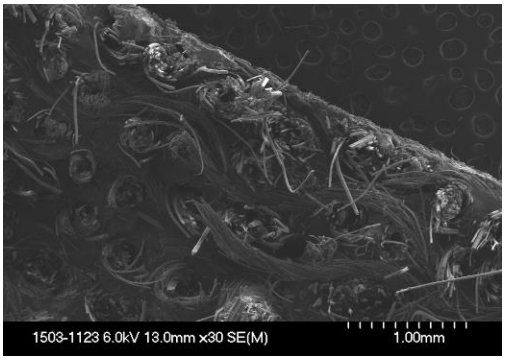
TR : 

Figure 4-9: Images MEB des faciès de rupture de la section transversale des composites dans les directions chaine (CH) et trame (TR) (grossissement ×30)

L'interface fibre-matrice joue un rôle dans le mécanisme de rupture dans le composite. Une adhésion forte entraine l'augmentation du transfert de charge entre la matrice et la fibre. Pour cette raison, l'endommagement de la section à la rupture a été étudié à l'échelle de la fibre avec des grossissements de ×250 et ×1100. Les **Figure 4-10** et **Figure 4-11** présentent des images MEB des faciès de rupture des composites après un essai de traction dans les directions chaîne et trame. Ces observations microscopiques montrent que les différentes sections transverses des fibres de lin ne sont pas homogènes. Ce phénomène peut être observé pour toutes les éprouvettes testées, ce qui peut également confirmer la variabilité des courbes de traction surtout observée à l'échelle fil en raison de la non-uniformité des fibres de lin. Ces images montrent par ailleurs des problèmes possibles de mauvaise pénétration de la résine dans les fils malgré une imprégnation parfaite aux échelles macro et mésocopique (voir **Figure 4-10** et **Figure 4-11** (a)). Ce type de défaut est particulièrement notable pour le composite UD2 : la résine peut difficilement pénétrer entre et à l'intérieur des fils en raison de la torsion élevée appliquée au fil. On peut aussi observer le phénomène de « yarn pull out » où le cœur du fil est complètement extrait de la résine et de la plaque après le test de traction sur le composite UD2 dans la direction trame. L'impact de la haute torsion peut être observé avec les marques laissées sur la matrice lors de l'extraction du fil de sa structure initiale (voir **Figure 4-11** (b)).

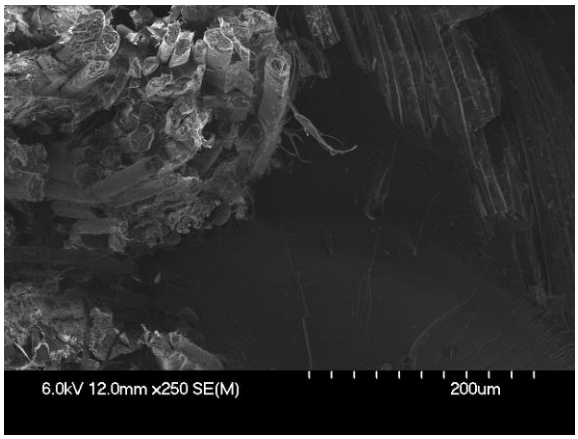
Au demeurant, les observations microscopiques montrent la présence de stries régulières représentant des fissures de la matrice. La sollicitation uniforme lors de la traction conduit à la rupture du composite résultant de la rupture des fibres dans la structure. Pour les composites testés, le renfort et par conséquent les fibres de lin sont responsables des propriétés mécaniques en traction du composite. De ce fait, l'endommagement de la

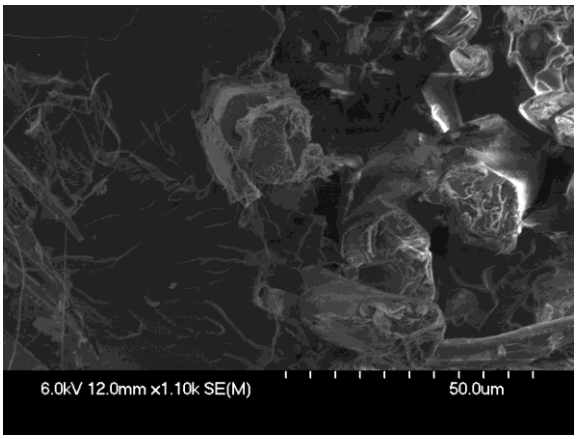
© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

structure est permanent et irréversible. En outre, la réponse du matériau composite face à des sollicitations extrêmes est traduite par le retrait de la fibre. Ce retrait provoque la rupture de l'interface fibre/matrice ce qui fragiliser la structure et diminuer la résistance mécanique. On peut remarquer ainsi le développement des fissures provoquant la casse de l'échantillon sollicité.

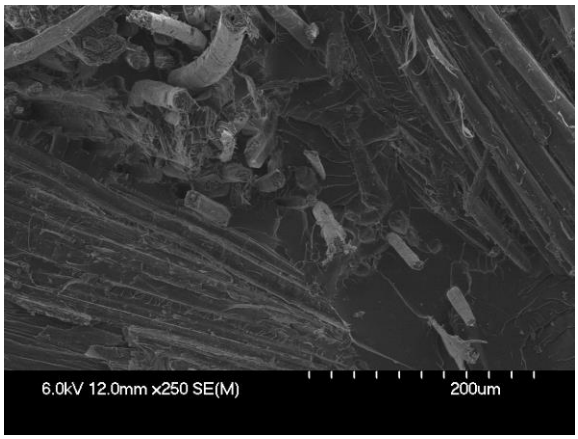
Composite TI1-Y2-DS

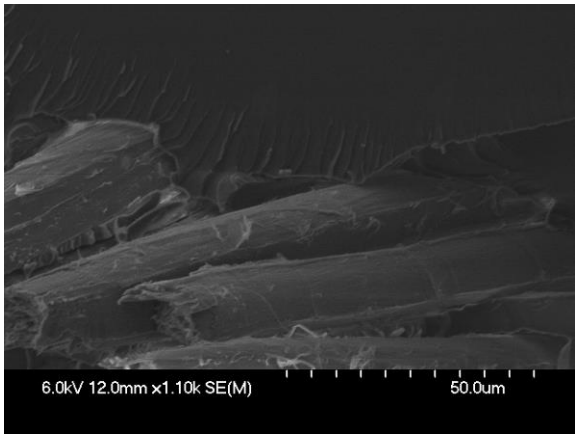
CH :





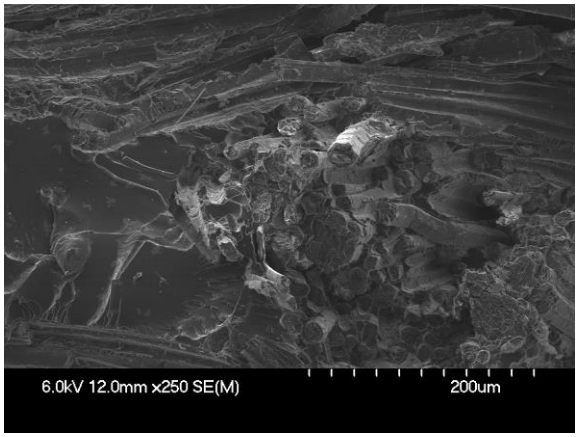
TR :

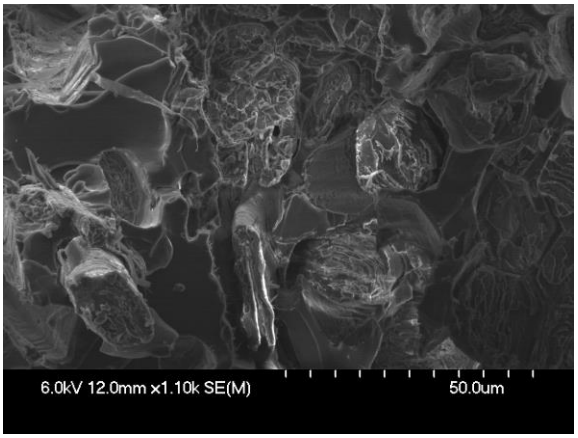




Composite TI2-Y2-DSI

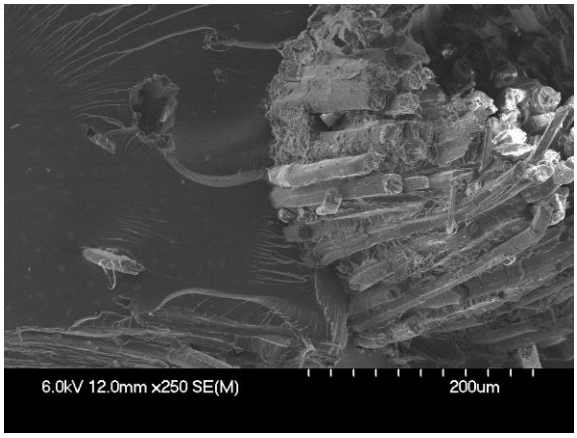
CH :

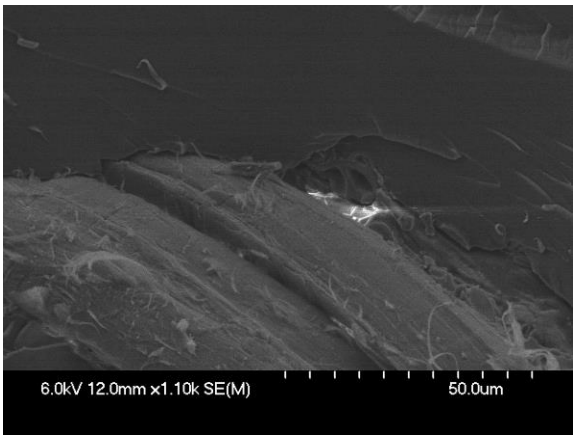




© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

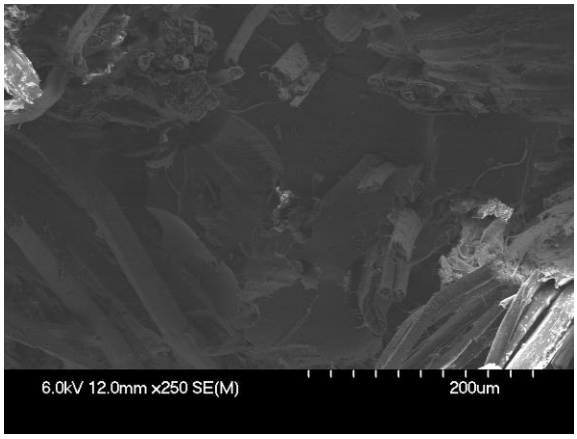
TR :

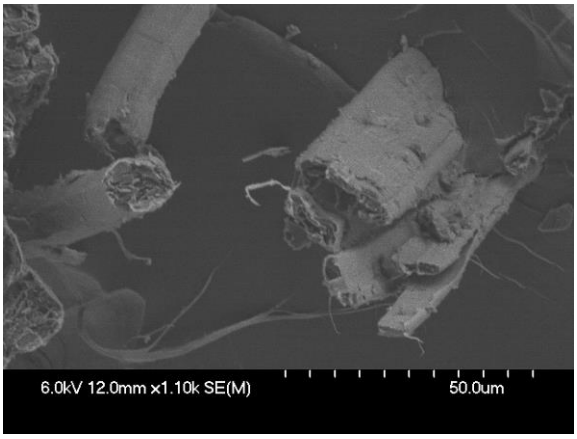




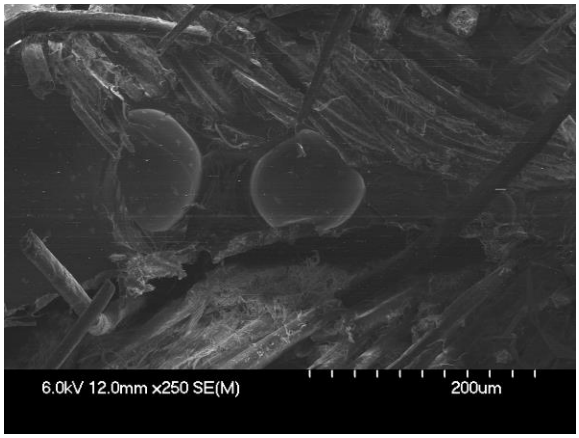
Composite TI3-Y2-DSC

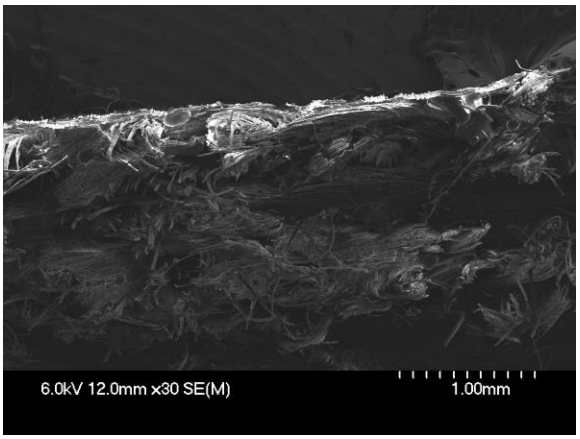
CH :





TR :



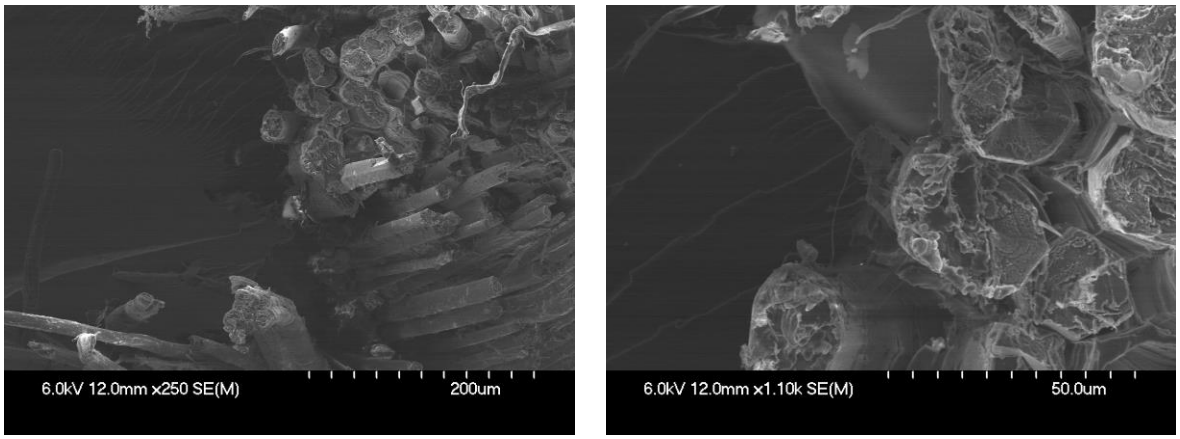


© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

Composite TI4-Y2-Ecru

CH :



TR :

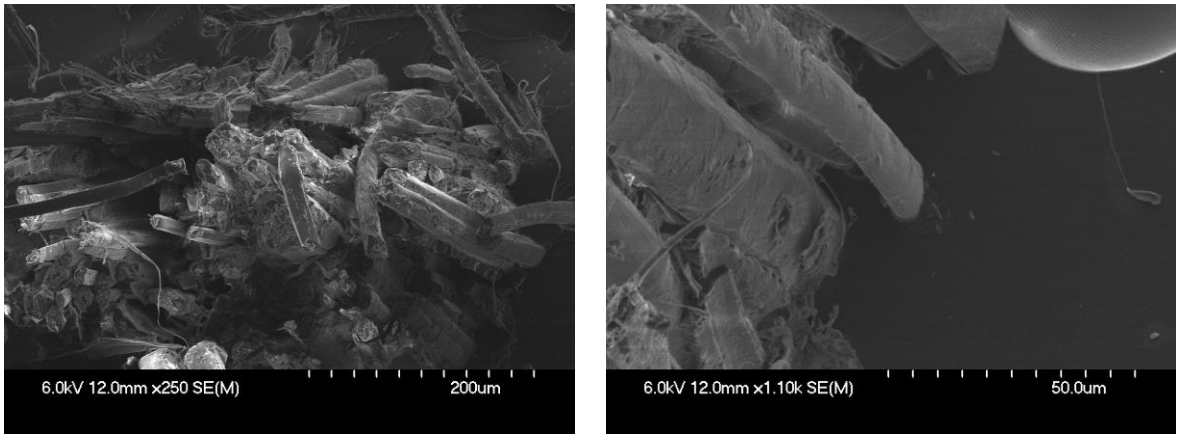
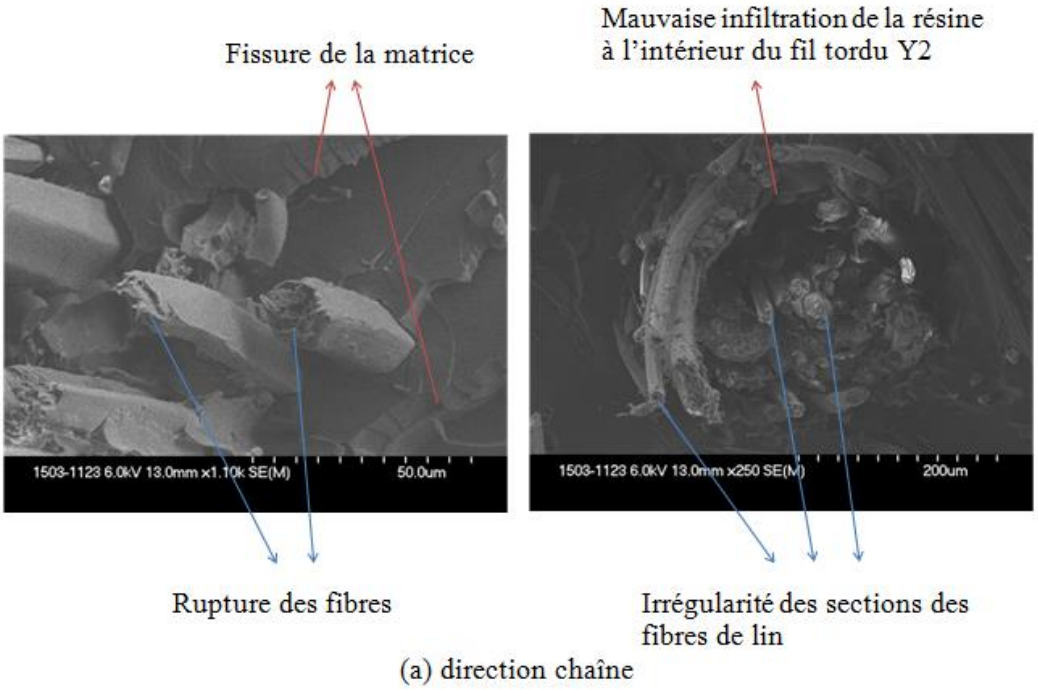


Figure 4-10: Images MEB des faciès de rupture des composites à base de tissus traités en direction chaîne (CH) et direction trame (TR)



(a) direction chaîne

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

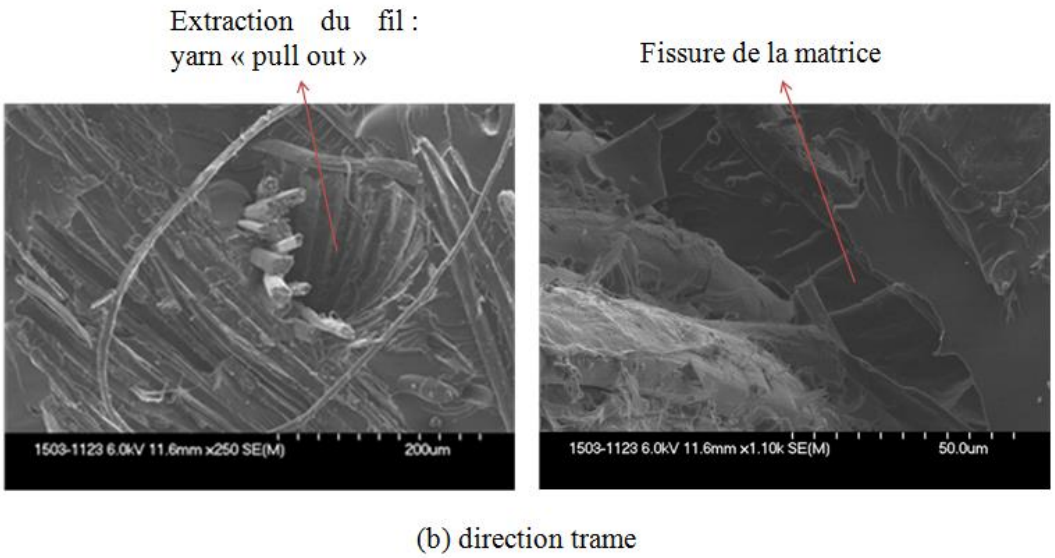


Figure 4-11: Images MEB des faciès de rupture du composite (composite UD2- Y2) : (a) direction chaîne et (b) direction trame

4.4 Analyse intra-échelle: comparaison des propriétés mécaniques entre les composites

La comparaison des performances mécaniques entre les composites est réalisée à l'aide d'histogrammes des différentes propriétés caractérisant le comportement en traction, classés par ordre décroissant du taux volumique de fibres (V_f). On reporte aux **Figure 4-12** et **Figure 4-13** ces propriétés (contrainte et déformation maximales, modules tangents) des composites avec des tissus traités dans les directions chaine et trame. Dans la direction chaine, la résistance mécanique est supérieure pour le composite avec le tissu calandré TI3-DSC avec un V_f de 48%. Egalement, le composite TI2-DSI présente une résistance légèrement inférieure à celle du composite TI1-DS, pour des V_f respectivement de 37% et 33%. Ainsi, l'ignifugation réduit la contrainte maximale d'environ 10% dans la direction chaine. Néanmoins les rigidités des matériaux (E1 et E2) sont équivalentes. En comparaison avec les tissus traités, le composite TI4-Ecru est moins rigide et se déforme plus que les autres dans la direction chaine. Dans cette direction, les tissus désencollés (TI1, TI2, TI3) possèdent une meilleure résistance en traction. En effet, la colle dégrade la qualité de l'imprégnation en intervenant dans l'interface fibre/matrice. Les modules, en particulier le module E1, suivent l'évolution du taux volumiques de fibres. A priori pour ces renforts, la rigidité du matériau dans la direction chaîne dépend fortement du taux de fibres.

Dans la direction trame, l'effet du traitement est dominant par rapport au taux volumique des fibres. En effet, le composite TI4- Ecru possède de meilleures propriétés mécaniques avec une contrainte maximale 93 MPa. Par conséquent, le traitement de désencollage et de séchage entraine la diminution des performances mécaniques dans la direction trame.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

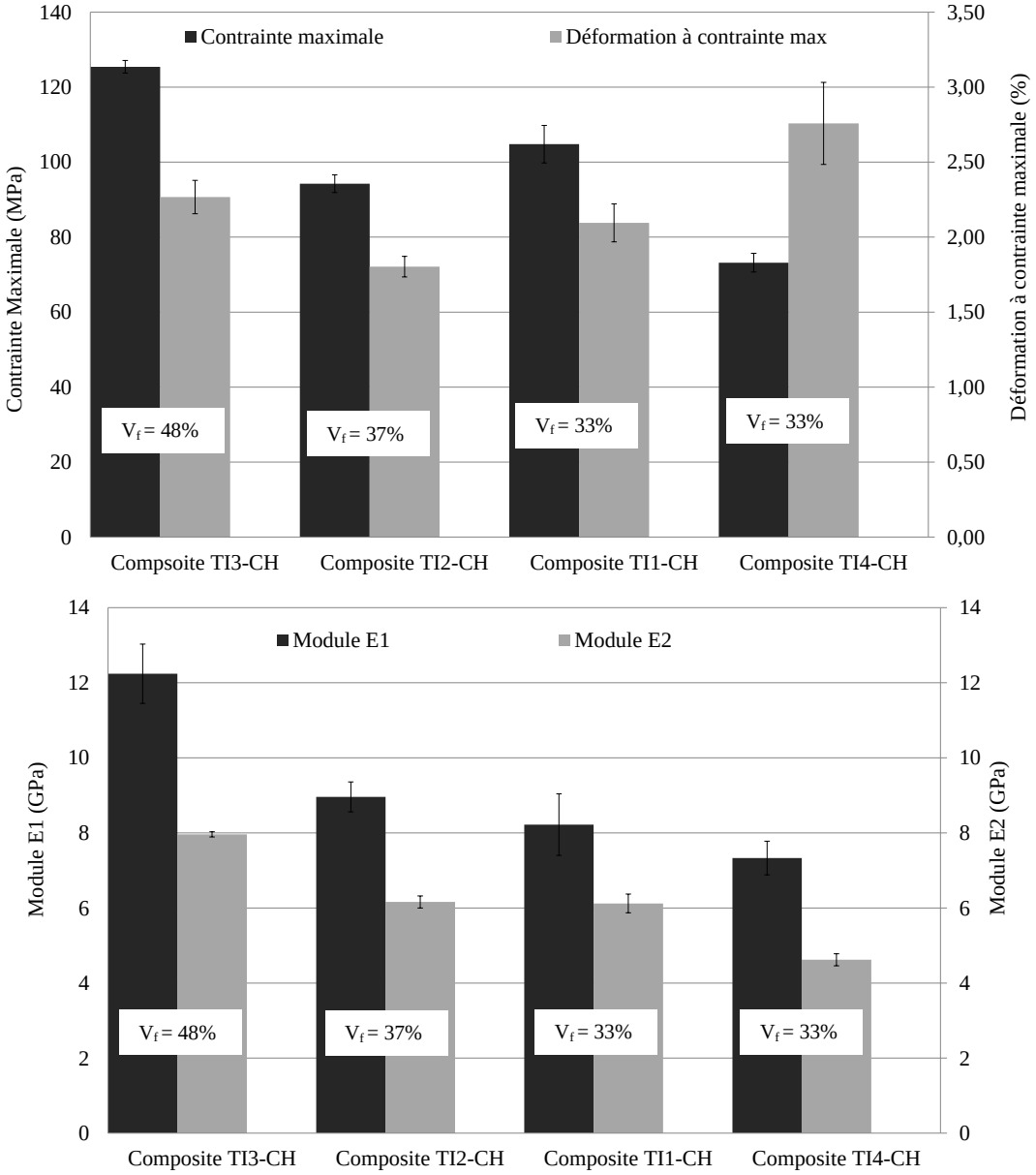


Figure 4-12: Variation des propriétés mécaniques des composites avec les tissus traités dans la direction chaine
(Contrainte maximale, déformation à contrainte maximales, modules E1 et E2)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

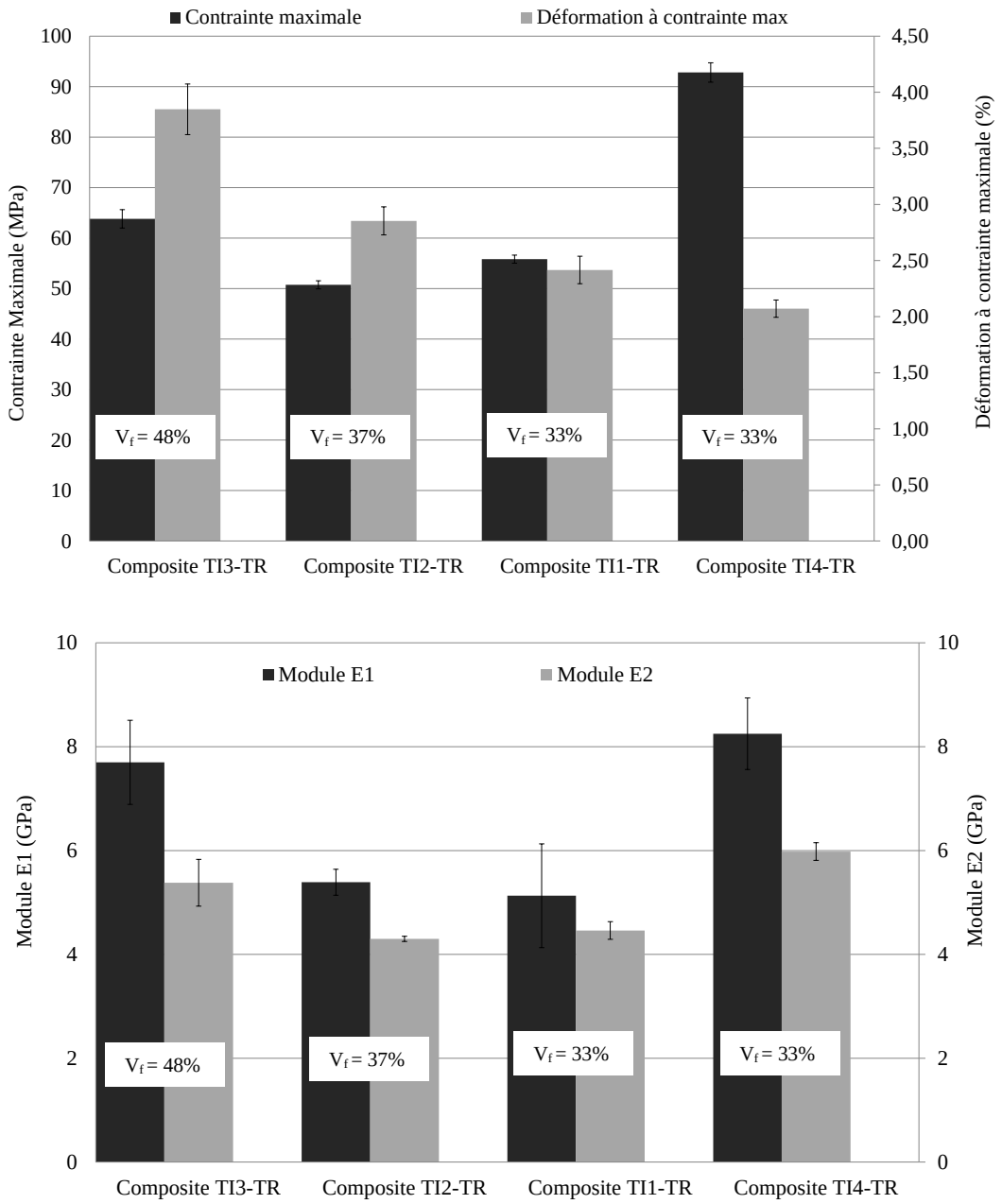
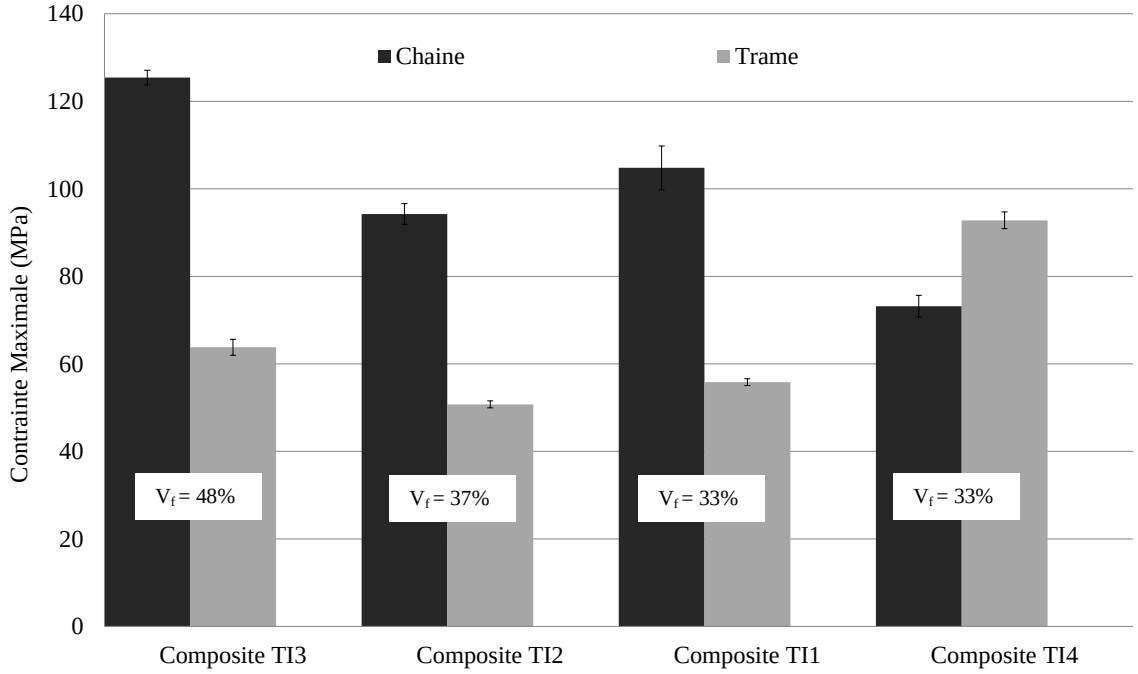
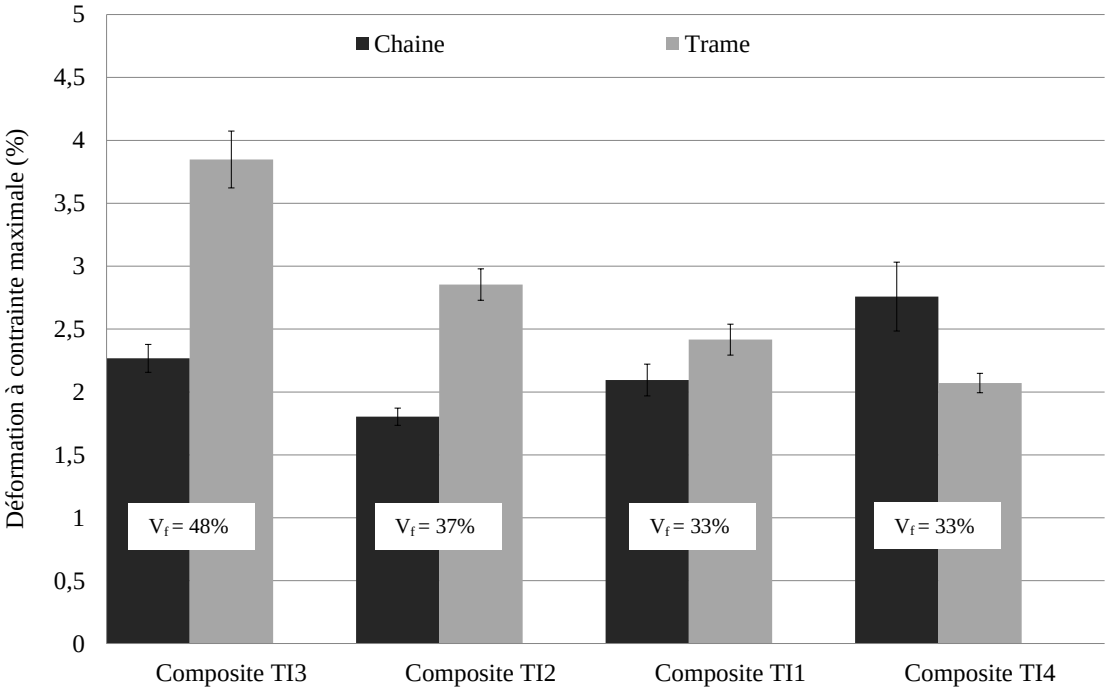


Figure 4-13: Variation des propriétés mécaniques des composites à base de tissus traités dans la direction trame
(Contrainte maximale, déformation à contrainte maximale, modules E1 et E2)

La comparaison des propriétés entre les directions chaine et trame, représentée dans la **Figure 4-14**, montre que les composites possèdent une résistance mécanique plus importante dans la direction chaine. D'après la contexture du tissu, la chaine possède 2 fils/cm de plus que la trame (un total de 28 fils pour la section du composite testé). Ceci peut expliquer une partie de la différence. Cependant, en comparant entre les différents traitements, il est clair que la direction trame est fortement dégradée après le traitement de désencollage et séchage. Ainsi, les sollicitations mécaniques exercées sur les fils en trame entrainent une diminution irréversible de la résistance mécanique.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr





© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

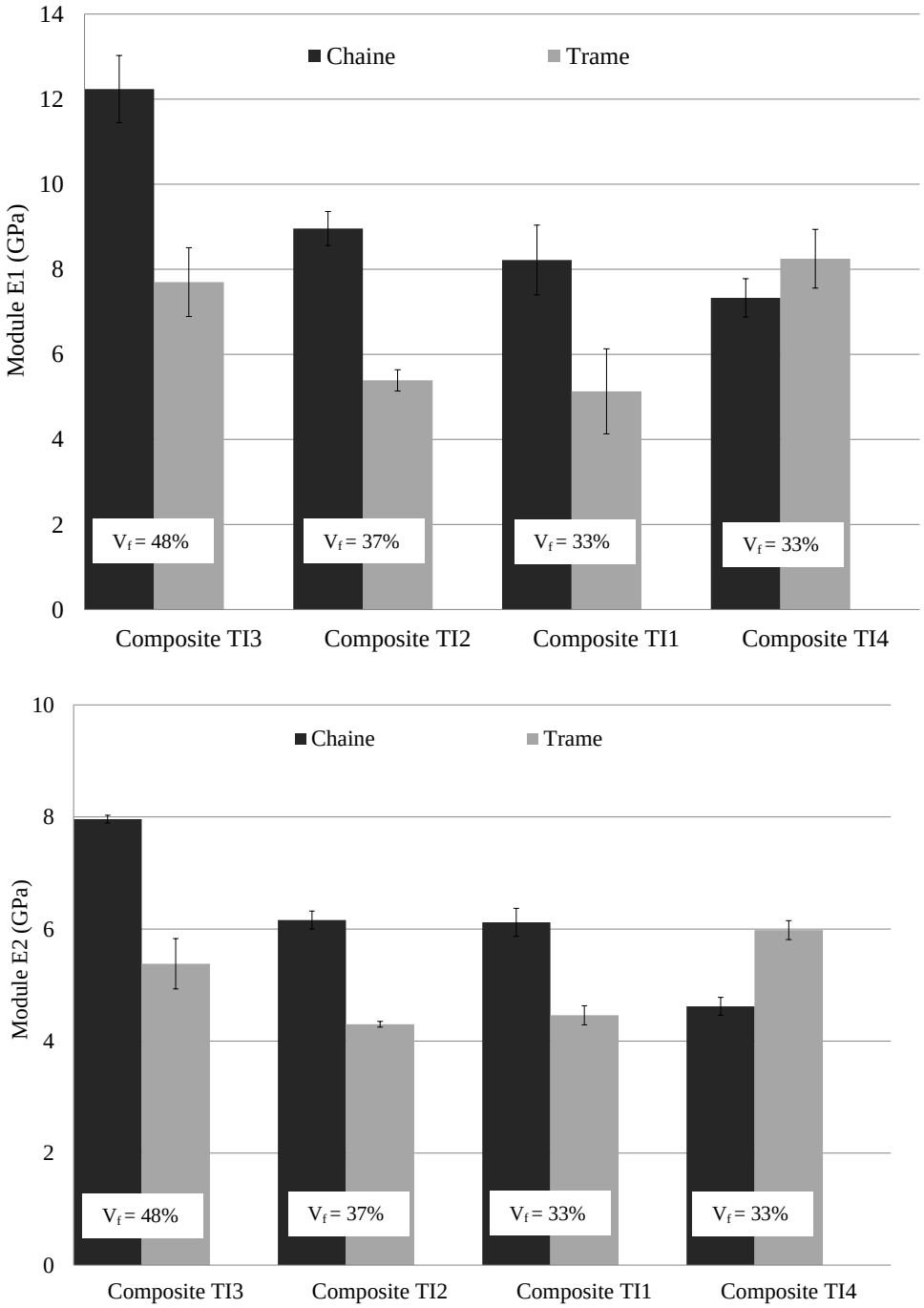


Figure 4-14: Comparaison des propriétés mécaniques des composites à base de tissus traités dans les directions chaine et trame (contrainte, déformation, modules E1 et E2)

Pour les composites quasi-UD, les analyses sont faites dans la direction trame (voir **Figure 4-15**). Le composite UD2 possède un V_f légèrement supérieur à celui du composite UD1 mais présente une contrainte maximale et des modules plus faibles. Dans ce cas, l'effet de la torsion et le type de fibres utilisées pour le fil l'emportent sur le taux volumique de fibres. Ce phénomène peut être expliqué par une mauvaise imprégnation au cœur du fil à cause de la très forte torsion qui rend la structure du fil trop serrée donc difficile à pénétrer. D'où la dégradation de l'interface et la liaison entre la fibre et la matrice. Ceci est visible avec les images MEB. Ainsi, le calcul du taux de fibres ne suffit pas à caractériser un

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

composite étant donné que l'influence de paramètres renfort (type de fibres, torsion et traitement) a un impact plus important sur la qualité de l'imprégnation.

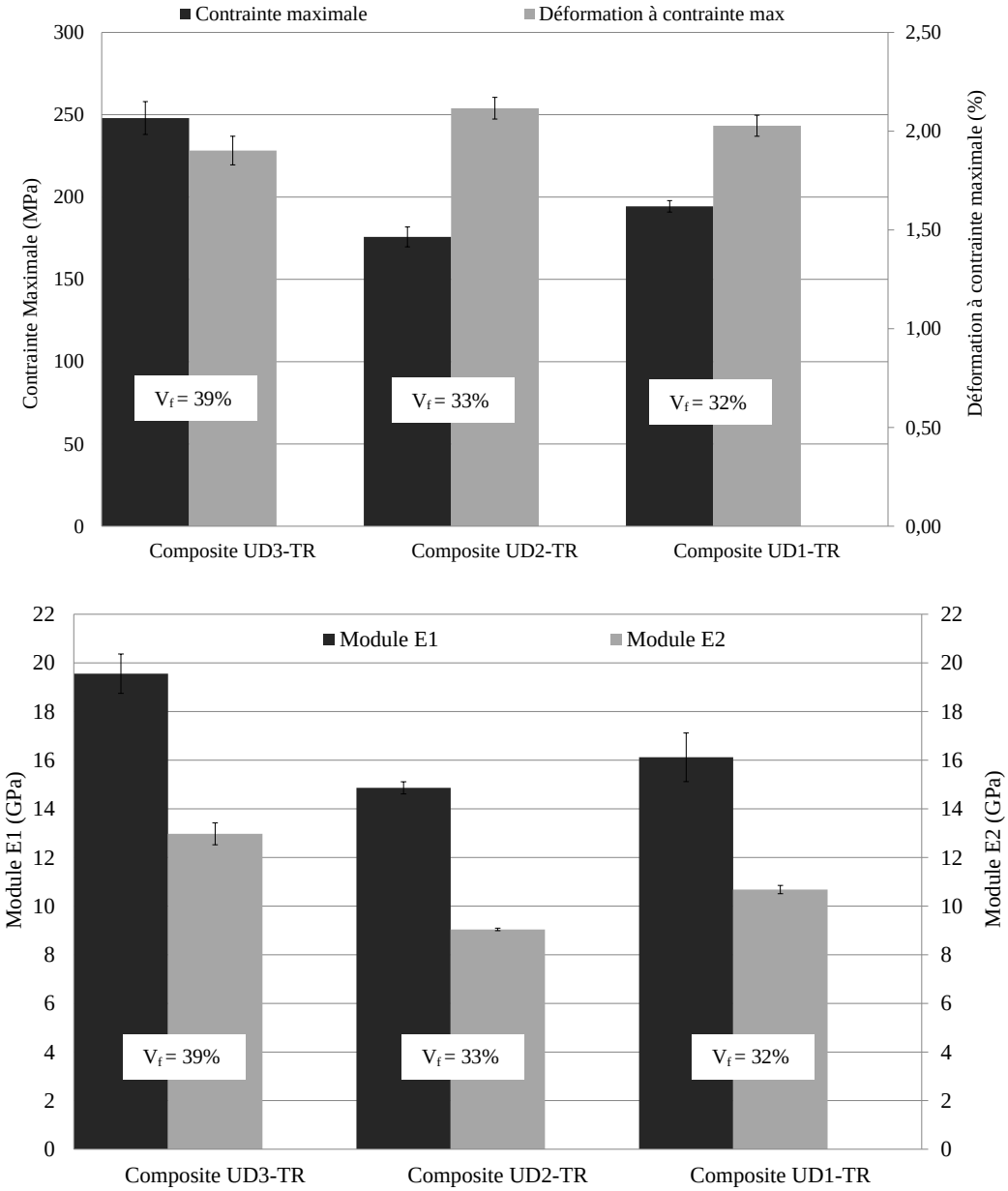
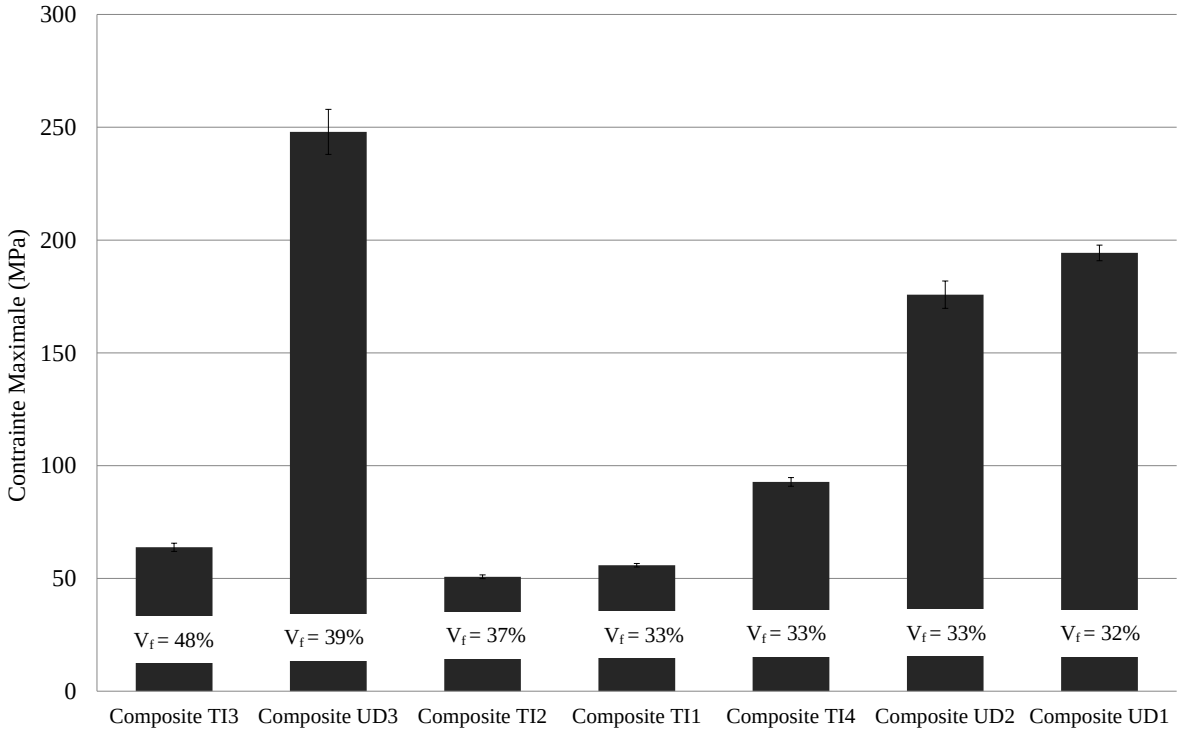


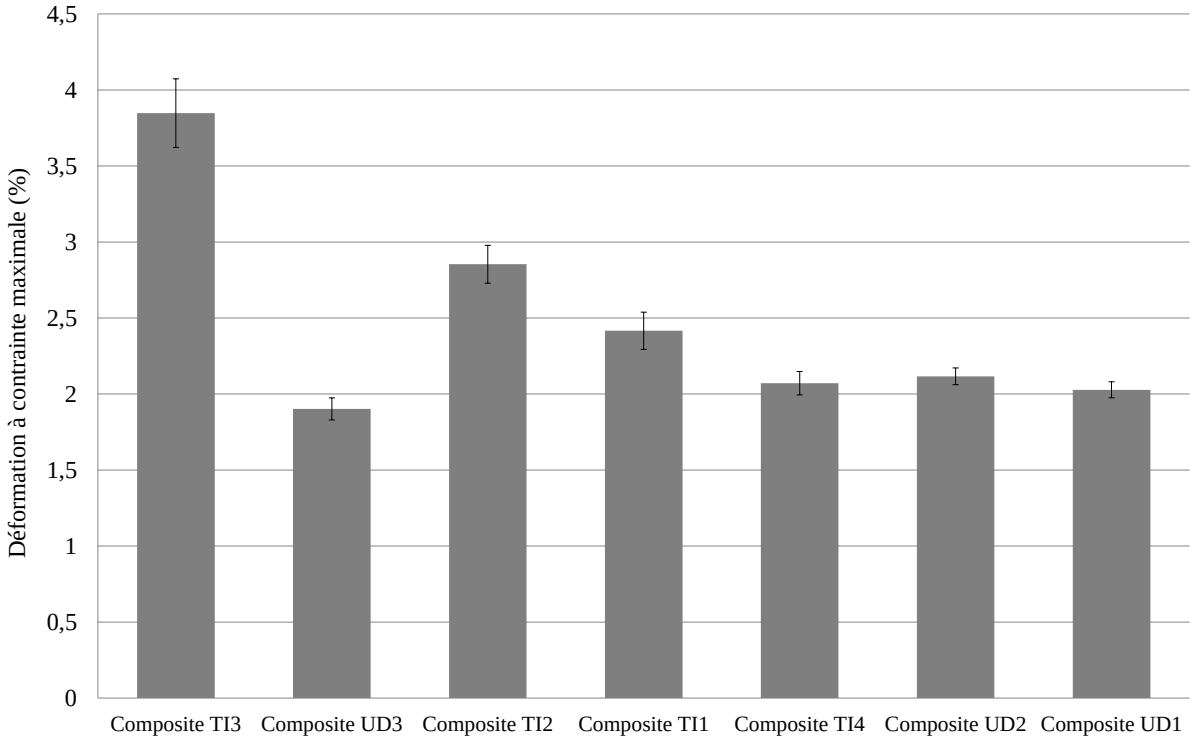
Figure 4-15: Variation des propriétés mécaniques des composites à base de quasi-UD dans la direction trame
(Contrainte maximale, déformation à contrainte maximales, modules E1 et E2)

Afin d'étudier l'influence de l'architecture du renfort à l'échelle composite, les variations de la contrainte maximale, de la déformation à contrainte maximale et des modules E1 et E2 ont été représentés sur la **Figure 4-16**. Etant donné que les quasi-UD sont élaborés en trame, seule cette direction est étudiée. En dépit du taux volumique de fibres, les composites quai-unidirectionnels présentent de meilleures performances mécaniques avec une contrainte maximale de 170 MPa à 250 MPa, un premier module E1 de 15 à 20 GPa et un deuxième module E2 de 9 à 13 GPa. Pour la déformation à la rupture, les valeurs approchent 2% pour les quasi-UDs. Donc, l'architecture du renfort et l'orientation des fibres sont des paramètres prédominants à cette échelle. En particulier, le quasi-UD à base de roving se distingue clairement. Les composites UD2 et TI4, à même taux de fibres, et

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

qui possèdent le même type de fil en étoupe, mais qui diffèrent par les architectures de renforts, montrent que l'utilisation de l'architecture quasi-UD entraine une augmentation de la contrainte maximale, des modules E1 et E2 respectivement de 140%, 103% et 95%. Pour le composite TI3, qui possède un V_f de 48%, la résistance mécanique est nettement inférieure à celle du composite UD2. Suivant cette architecture, le taux de fibres pour les tissus pourraient avoir dépassé la valeur critique à partir de laquelle la structure devient très sèche vu qu'il y'a un manque de résine. La structure bien dense du tissu calandré est le résultat de ce phénomène.





© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

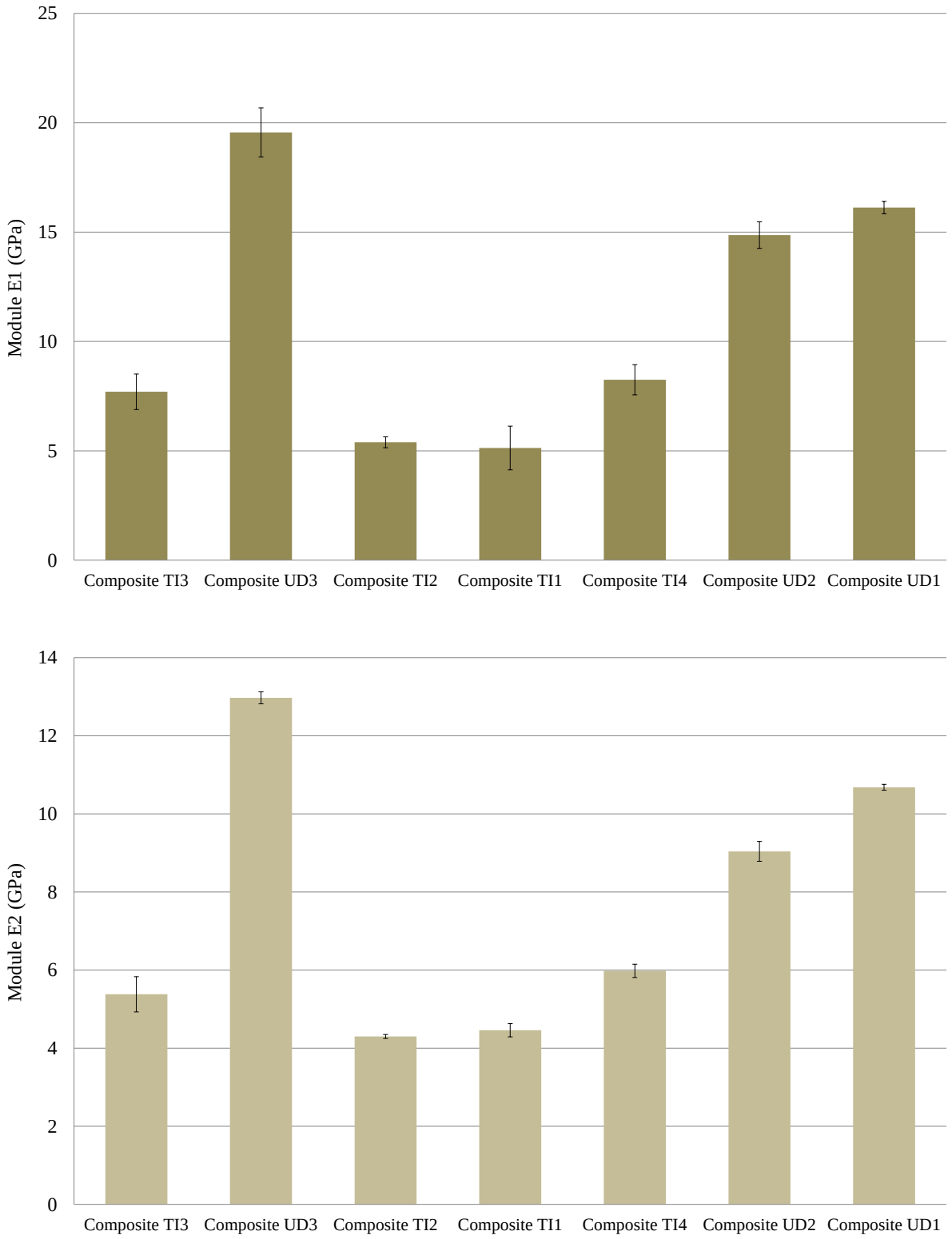


Figure 4-16: Variation des propriétés mécaniques des composites quasi-UD et tissus traités dans la direction trame (contrainte, déformation, modules E1 et E2)

Comme indiqué dans le chapitre précédent, la rigidité en traction des composites est calculée dans deux gammes de déformations différentes suivant l'évolution de la courbe. Deux modules tangents principaux peuvent être observés : Le 1er module entre les déformations de 0% et 0,2% et le 2ème module entre les déformations 0,3% et 0,5%. Ces

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

deux zones de courbes montrent la diminution typique de la rigidité d'un matériau composite, qualifiée d'adoucissement du comportement. L'analyse inter-échelle du comportement en traction des composites avec des tissus traités et des quasi-UD est réalisée par la comparaison des modules (**Figure 4-17** pour les composites TI-tissus traités et **Figure 4-18** pour les composites quasi-UD).

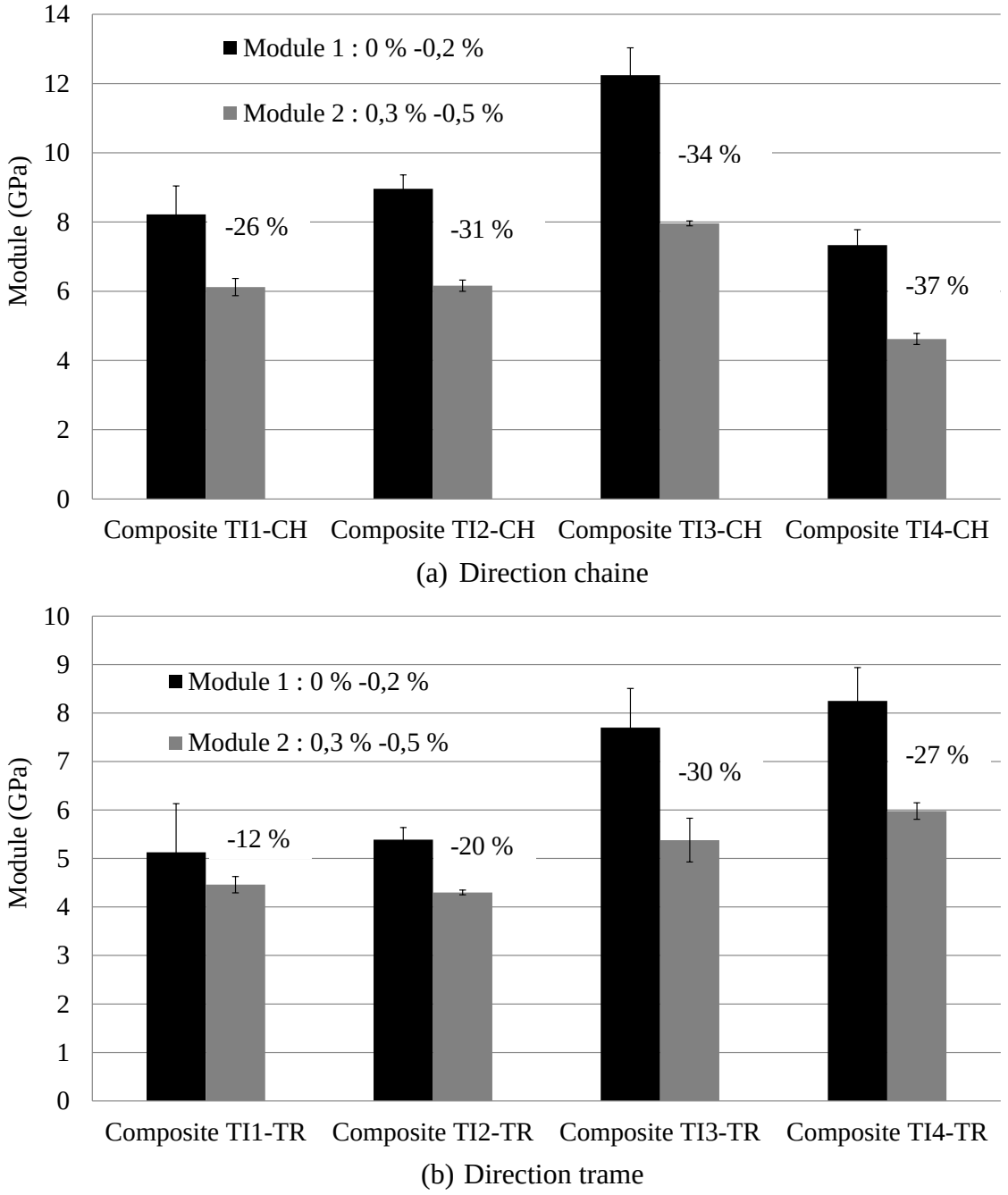


Figure 4-17: Modules des composites tissus traités dans les directions (a) chaine et (b) trame

En termes de raideur, les valeurs des modules du composite TI1 et du composite TI2 sont proches dans les directions chaine et trame en tenant compte des écarts moyens. Par conséquent, l'effet de l'ignifugation est négligeable sur la raideur en traction à l'échelle composite. En direction chaine, le composite TI3 présente un module plus important respectivement de 12,2 GPa pour le 1er module et 8 GPa pour le 2ème module. Ce résultat

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

est attendu vu le taux volumique des fibres qui est égale à 48%. En revanche, dans la direction trame, le composite TI4–tissu écru montre une rigidité plus importante, de 8,2 GPa pour le 1er module et de 6 GPa pour le 2ème module, dépassant la valeur du composite TI3. Donc, le désencollage et le séchage dégradent significativement la rigidité du matériau en dépit du taux de fibres.

En comparant, dans le sens trame, du lot des composites renforcés par les quasi-UD, le module diminue considérablement du 1er module au 2ème module, atteignant 40% pour le composite UD2 (voir les **Figure 4-17** et **Figure 4-18**). Ensuite, le composite UD3 présente une meilleure rigidité en traction avec un module de 19,6 GPa. Cette propriété est la conséquence d'un V_f plus élevé (39%) et le type de fil inséré. Par contre, la différence est négligeable pour les deux autres composites ainsi la différence entre un fil étoupe et un fil long brin est moins significatif à l'échelle composite. Ainsi, l'effet du type de fil inséré dans le renfort est très important à l'échelle composite surtout en termes d'orientation des fibres étant donné que le fil roving montre une meilleure rigidité en traction par rapport à l'étoupe et au fil long brin.

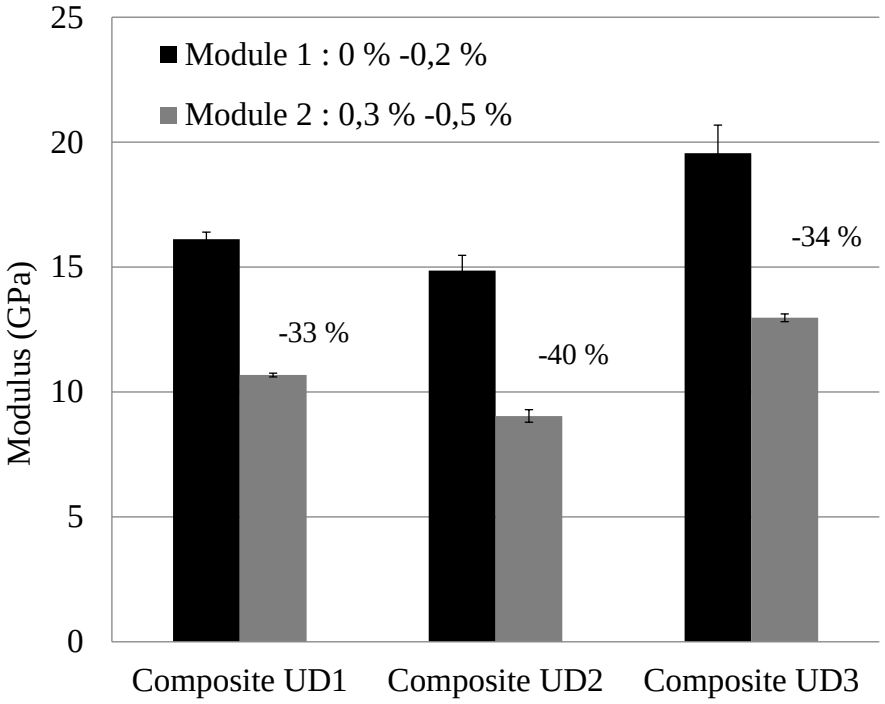


Figure 4-18: Modules des composites quasi-UD dans la direction trame

La comparaison entre le module dans la direction chaine et dans la direction trame a été étudiée dans le **Tableau 4-5**. La rigidité en traction en trame est supérieure à celle en chaine pour le composite à base du tissu écru avec une différence arrivant jusqu'à 30% pour le 2ème module. En revanche, cette tendance s'inverse après les traitements de désencollage et de séchage (TI1) avec une diminution moyenne entre la chaîne et la trame respectivement de 38% pour le 1er module et 26% pour le 2ème module. Cette inversion peut être expliqué par la forte sollicitation sur le renfort sec dans la direction trame lors de son passage dans le bain de désencollage ainsi qu'en rame pour le séchage. La diminution entre les deux modules est quasi-équivalente entre les trois composites traités.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 4-5. Modules des composites des tissus traités et taux de variation de la pente entre les deux directions (chaîne et trame)

Composites	Module	Chaine	Trame	Taux de variation Chaîne-Trame (%)
Composite TI1	1er module (GPa)	8,2 ± 0,8	5,1 ± 1	-38 %
	2nd module (GPa)	6,1 ± 0,2	4,5 ± 0,2	-26 %
Composite TI2	1er module (GPa)	9 ± 0,4	5,4 ± 0,2	- 92 %
	2nd module (GPa)	6,2 ± 0,2	4,3 ± 0,1	76 %
Composite TI3	1er module (GPa)	12,2 ± 0,8	7,7 ± 0,8	91 %
	2nd module (GPa)	8 ± 0,1	5,4 ± 0,4	-32 %
Composite TI4	1er module (GPa)	7,3 ± 0,4	8,2 ± 0,7	12 %
	2nd module (GPa)	4,6 ± 0,2	6 ± 0,2	30 %

Pour tous les composites, ces valeurs montrent la grande diminution du 2ème module par rapport au 1er module, traduisant ici le phénomène d'adoucissement. Les composites UD montrent une meilleure rigidité en traction en comparaison avec les composites tissus. Ceci confirme que le renfort quasi-UD permet d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques dans la direction préférentielle des fibres.

Ce phénomène peut-être également exprimé à l'aide du rapport entre ces modules E1 et E2 dans les deux directions (voir **Figure 4-19** et **Figure 4-20**), cette diminution de pentes est plus prononcée en chaine et plus particulièrement pour le composite TI4 écru avec un rapport de 1,6. Pour le quasi-UD, le composite UD2 à base de fibres d'étoupes fortement tordues présente le plus grand rapport d'E1/E2.

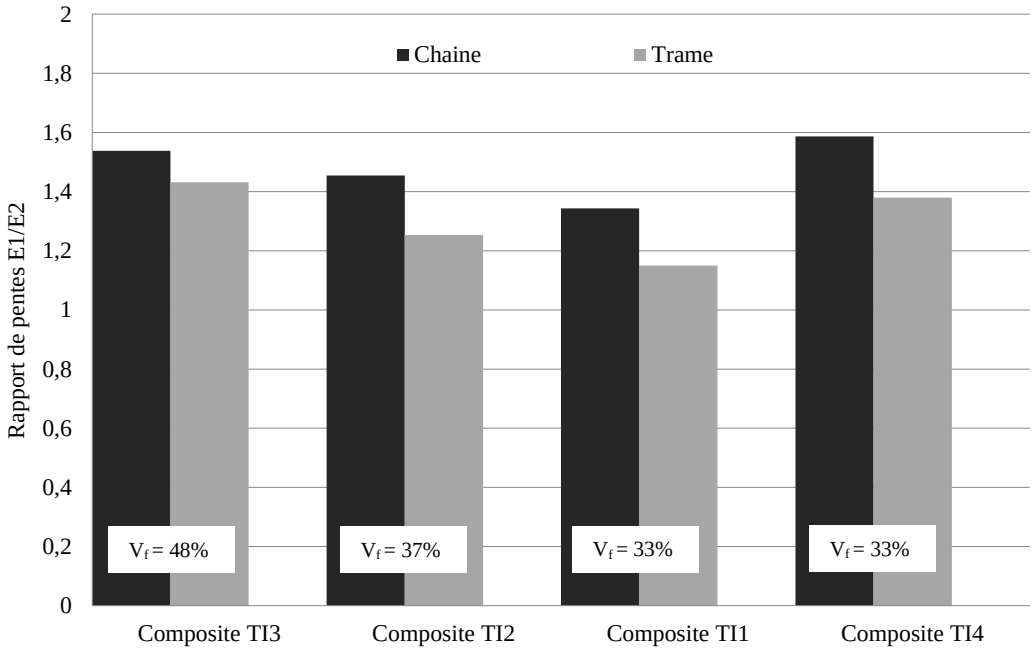


Figure 4-19: Variation du rapport des modules de pentes E1/E2 pour les composites à base de tissus traités dans les directions chaine et trame

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

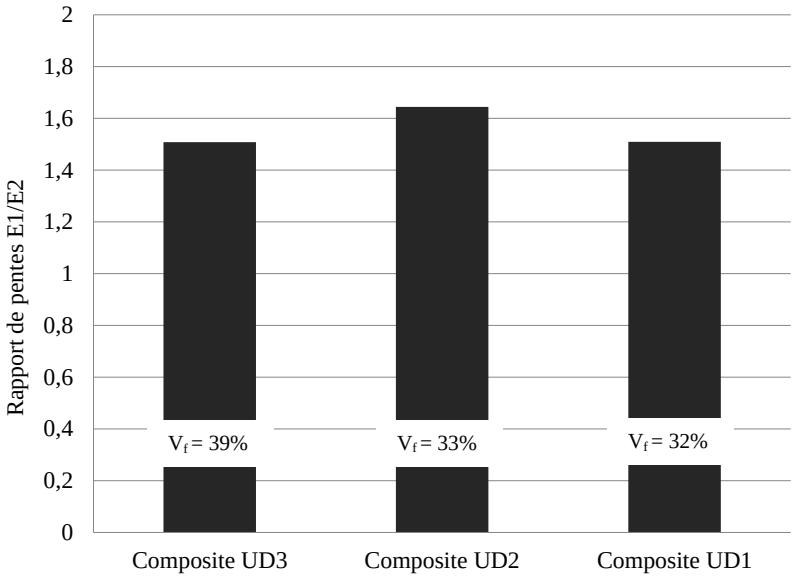


Figure 4-20: Variation du rapport des modules de pentes E1/E2 pour les composites à base de quasi-UD dans la direction trame

Comme illustré dans la publication de L. Zhang et M. Miao [48], pour différentes architectures des tissus à base de fibres de lin, on observe une réduction significative entre le 1er module et le 2ème module (d'environ 35%). Les valeurs du module de traction ainsi que la contrainte à rupture trouvées dans cette étude sont dans la plage des valeurs décrites dans la littérature [14,37,40-42].

D'une manière générale, en prenant les résultats en littérature pour les fibres de verre, M. Hughes et al. [48] ont trouvé qu'un composite UD en fibres de verre et d'une résine époxy avec un V_f de 42 % présente un module de 35 GPa et une contrainte de 280 MPa. Par comparaison, pour le composite UD3 ayant un V_f de 39 %. Le premier module et la contrainte obtenus sont respectivement de 19 GPa et 250 MPa. En dépit d'un plus faible taux de fibres V_f, les propriétés mécaniques du composite en fibres de lin se mesurent à celles des fibres de verre, surtout en considérant que la densité du lin est égale à moitié de la densité de la fibre de verre.

4.5 Perspectives : Procédé de thermocompression avec un comélé LIN/PP

Suite à l'introduction du fil DREF en fibres de lin et de polypropylène dans le chapitre 2, différents types de structure de renfort peuvent être fabriqués. Dans ce contexte, on a choisi la technologie de tressage et de tissage. A partir de ces renforts, une nouvelle gamme de composites thermoplastiques pourrait être mise en œuvre par thermocompression.

- *Procédé de thermocompression*

Pour la fabrication des composites thermoplastiques, le procédé de moulage par chauffage et compression, appelé aussi thermocompression, a été choisi étant donné sa rapidité et son faible coût. Les matériaux composites sont réalisés en utilisant une presse chauffante (voir **Figure 4-21**). Cette technique consiste à imprégner la résine, sous forme solide, grâce à l'application simultanée d'une température et d'une pression données. La machine est

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

constituée de deux plateaux métalliques chauffants et contrôlés par une pression pouvant aller jusqu'à 150 bar.

Figure 4-21: Machine de thermocompression : La presse chauffante

Le procédé de la thermocompression suit les étapes suivantes :

- Cycle de chauffage :

Avant de commencer la consolidation, la presse est mise en chauffe pendant au moins 1h30 afin d'atteindre 200°C. Cette température représente la température nécessaire afin de faire fondre la résine polypropylène. Ensuite, le renfort est placé entre les deux plaques métalliques. Les dimensions des plaques sont de 30 × 30 cm² donc le renfort ne doit pas dépasser cette surface. Une fois les plaques chauffées, la température est réglé à 190°C et le renfort est déposé entre le plaque et le plateau inférieur de la presse est remonté jusqu'à ce que le renfort soit en contact direct avec le plateau supérieur mais en restant avec une pression nulle.

- La thermocompression :

Le plateau est remonté afin de comprimer le matériau et le maintenir sous une pression constante. Pour obtenir une bonne imprégnation, la température de consolidation et la pression appliquée sont de 190°C et 50 bars pendant 5 minutes. La durée optimale de 5 min a été évaluée en faisant en sorte que la résine soit bien imprégnée et que les fibres de lin ne soient pas dégradées à cause de la haute température.

- Cycle de refroidissement :

Après la thermocompression, le cycle de refroidissement est entamé par un refroidissement rapide avec de l'eau suivi ensuite par un plus lent avec de l'air. Cette étape de refroidissement permet une bonne consolidation du composite. Une fois enlevée, la plaque est aussi refroidie à l'extérieur. Pour éliminer les défauts et les zones sèches, une marge de 2 cm sur les bords de la plaque est coupée.

- *Gamme de composite réalisée*

Une première étude est réalisée suivant cette méthodologie. A partir des renforts en tricots, trois différentes plaques composites ont été fabriqués suivant le protocole de

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

thermocompression. Chaque plaque est composée de 4 couches de tricots disposées selon un empilement [0°,90°,0°,90°]. Les plaques ont des dimensions moyennes de 15 × 15 cm². La répartition du lin et de la résine PP est différente selon la plaque comme suit :

- 2 plaques avec Lin/PP de répartition 3/2
- 1 plaque avec Lin/PP de répartition 2/2

Pour les propriétés mécaniques, les éprouvettes ont été coupées dans les directions 0°/90° et testées en traction simple.

Les composites de proportion lin/PP 3/2 présentent de meilleurs résultats en termes de résistance de rupture et de rigidité en traction. Ce résultat est la conséquence d'un taux de lin, le renforcement du composite, plus élevé. En outre, l'utilisation du fil hybride DFEF permet d'obtenir des composites thermoplastiques aux meilleures propriétés mécaniques avec un taux de vide plus faible. En effet, la présence du renfort fil et de la matrice sous forme de fibres dans le même matériau (le fil) aide à améliorer cette imprégnation en cœur.

4.6 Conclusions

Dans un premier temps, le taux volumique des fibres et le taux de vide ont été mesurés expérimentalement. Alors que le protocole de mise en œuvre était identique, la fraction volumique des fibres des composites produits présente une variation de 32% à 48% mais elle reste proche du taux idéal pour l'infusion sous vide de 40%. Ensuite, le comportement mécanique du composite a été étudié. Les essais de traction simple ont montré un comportement non linéaire sectionné en différentes régions linéaires. Pour cette raison, la rigidité est calculée sur deux intervalles de déformation. L'étude montre que la dispersion du comportement mécanique est faible surtout dans la première partie linéaire et dans la direction trame. Cette faible variabilité renforce la fiabilité de l'utilisation des fibres de lin à l'échelle composite et en comparaison avec ceux aux fibres de verre. En outre, les mécanismes de rupture du composite ont été analysés à l'aide de différents images MEB (microscopie électronique à balayage) des faciès de rupture. Ces observations microscopiques montrent que la rupture est causée par l'endommagement des fibres. D'autres phénomènes sont visibles tels que des fissures dans la matrice et l'extraction totale du fil (ou « yarn pull out »).

L'étude du comportement en traction des composites avec le renfort tissu et le renfort quasi-UD dans la direction trame révèlent l'influence de paramètres tels que la torsion du fil, l'armure et le traitement. Le type de fil utilisé a un impact significatif sur les propriétés mécaniques du matériau. En effet, en utilisant le même protocole d'infusion sous vide et même empilement de couches de renfort, le taux volumique des fibres obtenu est plus élevé et par conséquent, la résistance mécanique (contrainte à la rupture et module d'élasticité) est meilleure. De plus, les résultats en traction et l'analyse microscopique montrent l'influence négative de la torsion visible par la diminution de la perméabilité du fil à la résine et la désalignement des fibres par rapports à la direction du fil.

Concernant l'influence des traitements, l'anisotropie du comportement mécanique est très importante avec une résistance à la traction nettement plus faible dans la direction trame. En effet, d'une manière générale, les traitements détériorent les performances dans la direction trame à l'échelle composite. Comme à l'échelle renfort, le désencollage et le séchage dégradent d'une manière significative les propriétés mécaniques. Pour l'ignifugation, l'effet du traitement est moins considérable, une étude de la compatibilité de la solution ignifuge et la résine peut être intéressante à réaliser. En revanche, le calandrage parait comme le traitement le plus influant surtout dans la direction chaine. La compression

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

des tissus a conduit à l'obtention d'un V_f très important lors de la mise en œuvre du composite. Ce taux de renforcement peut expliquer les propriétés mécaniques plus élevées surtout dans la direction chaine.

L'analyse intra-échelle entre les différents lots de composites indique que le renforcement avec un quasi-UD, surtout à base de fils roving, permet l'obtention d'une forte rigidité. Les composites de renforts quasi-UD possèdent des propriétés mécaniques plus élevées que ceux de tissus étant donné que l'effet de désorientation des fibres et l'ondulation des fils dans la direction préférentielle est plus faible avec le quasi-UD.

Les résultats obtenus du comportement mécanique des composites en lin mettent l'accent sur le potentiel de l'utilisation de ces fibres pour des applications à hautes performances pouvant concurrencer les fibres de verre. Afin de compléter cette étude multi-échelle, le suivi qualité matière des trois échelles et l'analyse de la variabilité des résultats à travers une étude statistique seront examinés dans le chapitre 5.

Références

[1] R.M. Jones. «Mechanics of composite materials». CRC Press, 1998

[2] J.M. Berhelot. «Composite Materials: Mechanical Behavior and Structural Analysis». Mechanical Engineering Serie, 1ère édition, Springer, 1998

[3] IAR le pôle de la bioéconomie. « Intégrez des produits biosourcés dans vos composites», Edition 2017

[4] J.M. Berthelot. «Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures». Editions Tec & Doc, 4ème édition, 2005

[5] M. Biron. «Thermosets and Composites. Chapter 6 : Composites ». pp.299-473, 2013

[6] P. Badel. «Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X». Thèse, INSA Lyon, 2008

[7] C. Florimond. «Contributions à la modélisation mécanique du comportement de mèches de renforts tissés à l'aide d'un schéma éléments finis implicite». Thèse, INSA Lyon, 2013

[8] K.D. Potter. «The early history of the resin transfer moulding process for aerospace applications». Composites Part A, Vol.30, pp. 619-621, 1999

[9] P. Wang, S. Drapier, J. Molimard, A. Vautrin, J.C Minni. «Characterization of Liquid Resin Infusion (LRI) Filling by Fringe Pattern Projection and in-situ Thermocouples». Composites Part A, Vol.41, pp. 36-44, 2010

[10] P. Wang, S. Drapier, J. Molimard, A. Vautrin, J.C Minni. «Numerical and experimental analyses of resin infusion manufacturing processes of composite materials». Journal of Composite Materials, Vol.46, pp. 1617-31, 2011

[11] A.C. Long. «Composites forming technologies». New York, NY: CRC Press, 2007

[12] K. Christos. «Design and analysis of composite structures: with application to aerospace structures». New York, NY: Wiley, 2010

[13] F. Campbell F. «Manufacturing technology for aerospace structural materials». Lavoisiers: Elsevier, 2006

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[14] D.U Shah. «Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts». Materials and Design, Vol.62, pp. 21-31, 2014

[15] 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, Vol.36(12), pp.1637-44, 2005

[16] B. Madsen, H. Lilholt. «Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites—an evaluation of the influence of porosity». Composites Science and Technology, Vol.63(9), pp.1265-72, 2003

[17] K. Oksman. «High quality flax fibre composites manufactured by the resin transfer moulding process». Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol.20(7), pp.621-7, 2001

[18] S. Goutianos, T. Peijs. «The optimization of flax fibre yarns for the development of high-performance natural fibre composites». Advanced Composite Letters, Vol.13, pp. 199-215, 2003.

[19] G.A. Bibo, P.J. Hogg. «Influence of reinforcement architecture on damage mechanisms and residual strength of glassfibre/epoxy composite systems». Composites Science and Technology, Vol.58(6), pp.803-13, 1998

[20] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest. «Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? ». Composites Science and Technology, Vol.63(9), pp.1259-64, 2003

[21] M.R.M. Rejab, C.W. Theng, M.M. Rahman, M.M. Noor and A.N.M. Rose. «An Investigation into the Effects of Fibre Volume Fraction on GFRP Plate». Conference: Malaysian Technical Universities Conference on Engineering and Technology, 2008

[22] B. Madsen, H. Lilholt. «Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites—an evaluation of the influence of porosity». Composites Science and Technology, Vol.63(9), pp.1265-72, 2003

[23] H. Hargitai, I. Rácz. «Influence of Water on Properties of Cellulosic Fibre Reinforced Polypropylene Composites». International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials, Vol.47(4), pp.667-74, 2000

[24] J. Gassan. «A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites». Composites Part A, Vol.33, pp.369-74, 2002

[25] K.K. Wong, X.M. Tao, C.W.M. Yuen, K.W. Yeung. «Low Temperature Plasma Treatment of Linen». Textile Research Journal, Vol.69(11), pp.846-55, 1999

[26] A. Sparavign. «Plasma treatment advantages for textiles». ArXiv.org. Cornell University e-print, 2008. Cité : arXiv:0801.3727 [physics.pop-ph]

[27] A. Arbelaiz, B. Fernández, J.A. Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte, I. Mondragon. «Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling». Composites Science and Technology, Vol.65(10), pp.1582-92, 2005

[28] X. Li, L. Tabil, S. Panigrahi. «Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review». Journal of Polymers and the Environment, Vol.15(1), pp.25-33, 2007

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[29] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, I. Verpoest. «Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment». Composites Part A, Vol.37(9), pp.1368-76, 2006

[30] M. Assarar, D. Scida, A. El Mahi, C. Poilāne, R. Ayad. «Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: flax-fibres and glass-fibres». Materials and Design, Vol.32(2), pp.788-795, 2011

[31] P.A. Sreekumar, P. Albert, G.Unnikrishnan, K. Joseph, S. Thomas. «Mechanical and water sorption studies of ecofriendly banana fiber-reinforced polyester composites fabricated by RTM». Journal of Applied Polymer Science, Vol.109(3), pp.1547-1555, 2008

[32] H. Alamri, I.M. Low. «Mechanical properties and water absorption behaviour of recycled cellulose fibre reinforced epoxy composites». Polymer Testing, Vol.31, pp.620-628, 2012

[33] D. Zhang, N. R. Milanovic, Y. Zhang, F. Su, M. Miao. «Effects of humidity conditions at fabrication on the interfacial shear strength of flax/unsaturated polyester composites». Composites Part B, Vol.60, pp.186–192, 2014

[34] M.C. Symington, W.M. Banks, D. West Opukuro, R.A. Pethrick. «Tensile testing of cellulose based natural fibers for structural composite applications». Composites Part A, Vol. 43(9), pp. 1083-1108, 2009

[35] ISO 527 : Plastiques - Détermination des propriétés en traction, 2012

[36] A. Esnaola, I. Tena, J. Aurrekoetxea, I. Gallego, I. Ulacia. «Effect of fibre volume fraction on energy absorption capabilities of E-glass/polyester automotive crash structures». Composites Part B, Vol.85, pp.1-7, 2016

[37] 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, Vol.84, pp. 228-235, 2016.

[38] N. Cuinat-Guerraz, M.J. Dumont, P. Huber. «Environmental resistance of flax/bio-based epoxy and flax/polyurethane composites manufactured by resin transfer moulding». Composites Part A, Vol.88, pp.140-147, 2016

[39] D.U. Shah, P.J. Schubel, P. Licence, M.J. Clifford. «Determining the minimum, critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites». Composites Science and Technology, Vol.72, pp.1909-1917, 2012

[40] D.U. Shah, R.K Nag, M.J. Clifford. «Why do we observe significant differences between measured and 'back-calculated' properties of natural fibres? ». Cellulose, Vol.23, pp.1481-1490, 2016

[41] 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, Vol.82, pp.253-66, 2016

[42] F. Bensadoun. «In-service behaviour of Flax fibre reinforced composites for high performance applications ». Phd-Thesis of Faculty of Engineering Science, KU Leuven, July 2016.

[43] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J.P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard. «Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

properties of the derived unidirectional composites». Composites Part A, Vol.38(8), pp.1912-21, 2007

[44] C. Baley. «Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase». Composites Part A, Vol.33(7), pp.939-48, 2002

[45] F.D.A. Silva, N. Chawla. «Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers». Composites Science and Technology, Vol.68(15), pp.3438-43, 2008

[46] Q. Liu, M. Hughes. «The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites». Composites Part A, Vol.39(10), pp.1644-52, 2008

[47] M. Kersani M, S.V. Lomov, A.W. Van Vuure, A. Bouabdallah, I. Verpoest. «Damage in flax/epoxy quasi-unidirectional woven laminates under quasi-static tension». Journal of Composite Materials, 2014

[48] L. Zhang, M. Miao. «Commingled natural fibre/polypropylene wrap spun yarns for structured thermoplastic composites». Composites Science and Technology, Vol.70, pp.130-135, 2010

[49] M. Hughes, J. Carpenter, C. Hill. «Deformation and fracture behaviour of flax fibre reinforced thermosetting polymer matrix composites». Journal of Materials Science, Vol.42, pp. 2499-511, 2007

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

4. Caractérisation à l'échelle composite

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

5 SUIVI QUALITE MATIERE : UNE APPROCHE MULTI-ECHELLE

Ce chapitre vient compléter l'étude multi-échelle où le suivi qualité matière a été réalisé pour chaque lot étudié précédemment. Notre hypothèse de départ est que les performances des composites en fibres de lin sont dominées par les propriétés intrinsèques des fibres et de la matrice ainsi que des caractéristiques textiles telles que la torsion du fil et les traitements pré et post-tissage. L'objectif est de valider l'influence de l'ensemble des paramètres sur les propriétés mécaniques du matériau à l'échelle fil, tissu et composite et surtout de conclure sur la problématique de la variabilité des résultats.

5.1 Introduction

Divers phénomènes physiques apparaissent à différentes échelles du matériau composite. Pour cette raison la compréhension du comportement des renforts s'appuie habituellement sur les propriétés aux échelles suivantes :

- Echelle de la fibre : c'est une échelle microscopique qui prend en compte les propriétés intrinsèques des fibres ainsi que leurs interactions
- Echelle du fil/mèche : c'est une échelle mésoscopique qui tient en compte les propriétés physiques et mécaniques des fils ou mèches ainsi que l'interaction de l'ensemble des fibres constituant ce fil ou cette mèche
- Echelle du renfort ou composite : c'est une échelle macroscopique qui définit la nature et les propriétés de la pièce finale ou du renfort

Les chapitres précédents portaient sur la caractérisation des propriétés mécaniques à chaque échelle permettant d'établir une base de données fiable pour étudier l'effet de paramètres tels que la torsion du fil, le tissage et les traitements sur les propriétés mécaniques. Dans cette partie, l'impact de ces paramètres ainsi que de la variabilité des

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

fibres de lin sont évalués entre les échelles, ou ce que l'on a appelé une étude inter-échelle. Ensuite, une analyse statistique est réalisée afin de compléter cette étude.

- **Etudes statistiques**

Trois analyses statistiques ont été réalisées : la première pour tester la variance et la normalité du lot, la deuxième pour calculer la différence statistique introduite par les mesures expérimentales des propriétés mécaniques en traction (force/contrainte, déformation, pentes) et finalement la troisième pour étudier l'impact de quelques paramètres clés sur ces propriétés.

En premier lieu, une analyse de variances des tests est effectuée sur les données brutes afin de vérifier l'homogénéité des variances ainsi que son évolution entre les différentes échelles. Dans le domaine du textile, le paramètre clé à considérer pour étudier la cohérence des résultats est le coefficient de variation, noté CV% également nommé écart-type relatif qui permet de mesurer une dispersion relative (Equation 1). Dans l'idéal, selon les standards textiles, la valeur du CV% doit être de l'ordre de 3%. Cependant, si elle est en dessous de 10 %, on peut considérer que nous avons de bons résultats statistiques.

Le coefficient de variation noté CV% est déterminé comme suit :

$$CV\% = 100 \times \frac{\sigma}{\bar{X}} \qquad \text{(Equation 1)}$$

Avec
CV % : le coefficient de variation exprimé en %
σ : écart-type de la population
$\bar{X}$: valeur moyenne de la population/lot

De plus, on peut aussi définir la Limite Pratique d'Erreur, noté LPE %, dans l'intervalle de confiance, noté IC pour évaluer la précision de l'estimation d'un paramètre statistique sur un échantillon.

L'intervalle de confiance est définit, pour une probabilité de 5%, par:

$$IC = ts \times \frac{\sigma}{\sqrt{N-1}} \qquad \text{(Equation 2)}$$

Avec
IC : Intervalle de confiance
ts : valeur de la variable t-Student lue dans le tableau des quantiles (1- α/2) c'est-à-dire à 0,975 pour α =5%
σ : écart-type de la population
N : Nombre d'échantillons de la population/lot

La limite pratique d'erreur s'exprime selon l'équation 3 :

$$LPE\% = 100 \times \frac{IC}{\bar{X}} \qquad \text{(Equation 3)}$$

Avec
LPE % : Limite pratique d'erreur
IC : Intervalle de confiance à une probabilité de 5%
$\bar{X}$: valeur moyenne de la population/lot

Pour faire ces analyses, une loi d'analyse statistique doit être choisie. Cette loi dépend de la taille N de la population/lot. Pour une taille supérieur ou égale à 30, c'est la loi de Laplace-Gauss ou loi normale centrée réduite (notée z) qui doit être appliquée. Dans le cas contraire, c'est la loi Student (notée t) à N-1 degrés de liberté [1]. Etant donné que nos tests

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

sont effectués sur des échantillons de petite taille, la loi de probabilité qui correspond à notre répartition est celle de Student.

Le test Student est un test d'interférence statistique qui permet non seulement de décrire les observations mais aussi de les transposer afin de les généraliser et de tester des hypothèses sur le lot étudié. En effet, il permet de décider, selon les résultats du lot, entre deux hypothèses (H_0 et H_1) pour retenir celle qui est vraie. L'hypothèse nulle H_0 consiste à dire que l'échantillon étudié est un échantillon aléatoire de la population de référence. Le calcul est réalisé pour voir si l'écart entre la moyenne observée et la moyenne théorique est important ou non. Pour trancher sur cette hypothèse, on utilise le test t-student à deux paramètres qui permet de comparer les moyennes mesurées sur deux échantillons différents [2]. Le calcul est réalisé avec la variable t qui est la valeur représentative de la différence statistique entre deux lots de matière, dans un intervalle de confiance de 95%. Elle s'exprime comme suit :

$$t = \frac{\overline{Xi} - \overline{Xj}}{\sqrt{\frac{\sigma i^2}{Ni} - \frac{\sigma j^2}{Nj}}} \qquad \text{(Equation 4)}$$

Avec
$\overline{Xi}$: valeur moyenne du paramètre étudié i
σi : l'écart-type associé à la moyenne $\overline{Xi}$
Ni : taille de la série i

La distribution de la variable t est déterminée dans le but de comparer les moyennes de deux échantillons et tester une corrélation linéaire. Le seuil α correspond à la probabilité que la valeur t soit dépassée en valeur absolue de P (-t < T < t) = 1- α comme indiqué sur la **Figure 5-1**.

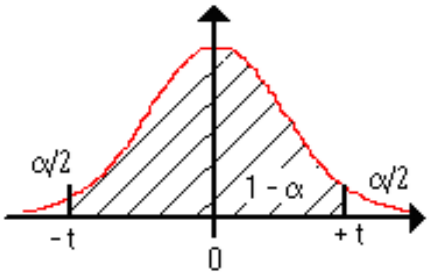


Figure 5-1: Répartition théorique de la loi de STUDENT

D'une manière générale, une différence entre deux groupes est considérée significative lorsque la probabilité de l'hypothèse nulle est inférieure ou égale à 5%. Donc on choisit de tester l'hypothèse pour une valeur de seuil α= 5% (IC de 95%). Concrètement, en regardant la distribution de la courbe à la **Figure 5-2**, les valeurs « normales » doivent être strictement inférieures à|1,96|. On considère alors que la zone de « normalité » comprend 95% de la population. Par conséquent, toute valeur n'appartenant pas à cette intervalle (<-1,96 ou >1,96) constitue la zone d'« anormalité ». Si on obtient une valeur de la variable t qui dépasse 1,96 en valeur absolue, on peut conclure que les deux paramètres étudiés sont statistiquement différents. Par rapport à notre hypothèse, ceci signifie que l'hypothèse nulle est rejetée.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

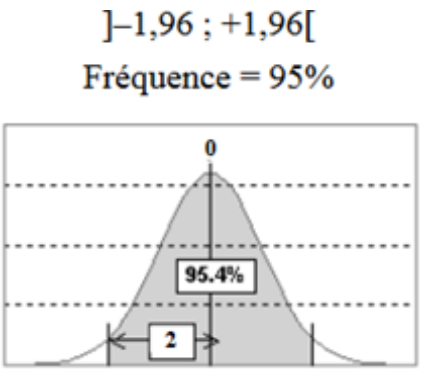


Figure 5-2: Répartition théorique de la loi de distribution pour un IC de 95% (seuil α = 5%)

Associée à la variable t, on peut calculer la probabilité p d'obtenir l'hypothèse nulle H_0 pour évaluer la mesure. Cette probabilité est comparée au seuil α, fréquemment fixé à 5 %. Si p est inférieure à cette valeur (*i.e.* $p<0.05$) alors l'hypothèse nulle H_0 est rejetée et par conséquence la différence des moyennes est significative (au seuil α avec un degré de significativement p). Dans le cas contraire, la différence des moyennes n'est pas significative au seuil α.

Dans ce contexte, une étude statistique de variance ANOVA à deux facteurs est réalisée pour analyser si les résultats du type de fil entre les échelles fil, tissu et composite sont statistiquement différents quant à leurs propriétés en traction (effort, déformation et pentes) à la fois pour le même lot ou pour des lots différents.

5.2 Suivi matière: Variabilité inter-échelle du lin

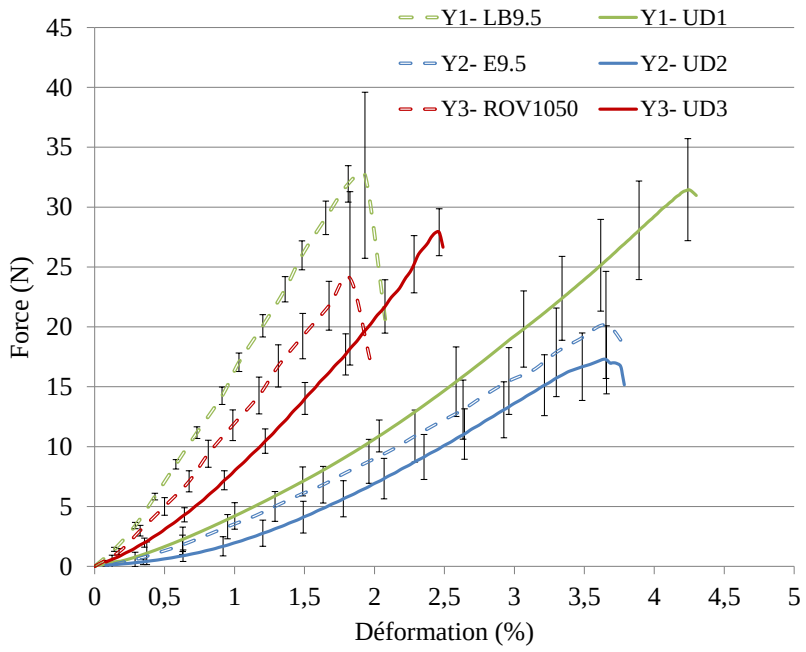
5.2.1 Renforts quasi-UD : influence du type de fil

Pour des renforts quasi-UD, l'influence du type de fil a été étudiée dans les chapitres précédents. Les résultats montrent que la force maximale en traction d'un fil est, pour la plupart des lots, quasiment équivalente à la force maximale du tissu divisé par le nombre de fils dans la largeur de l'échantillon (**Figure 5-3.**(b)). En revanche, la comparaison inter-échelle démontre l'importante influence du tissage dans ce cas de renfort quasi-UD et dans la direction trame. La **Figure 5-3.**(a) superpose les courbes de traction des 3 fils (Y1-LB9.5, Y2-E9.5 et Y3-ROV) ainsi que les courbes de ces mêmes fils extraits des renforts UD. En effet, à l'échelle fil la tendance des courbes s'inverse avec l'augmentation de la déformation pour le fil Y1 et Y3 et des baisses relatives des pentes. La forte torsion du fil Y2 aide à conserver ses propriétés mécaniques contrairement aux autres fils avec des faibles torsions. Ces transformations perçues sur les fils sont permanentes, de ce fait les propriétés des fils après tissage se retrouvent dans les courbes de traction à l'échelle des quasi-UD (**Figure 5-3.**(b)) et des composites (**Figure 5-3.**(c)). Par conséquent, à faible torsion, les propriétés du fil peuvent différer d'une manière conséquente des propriétés du tissu et du composite.

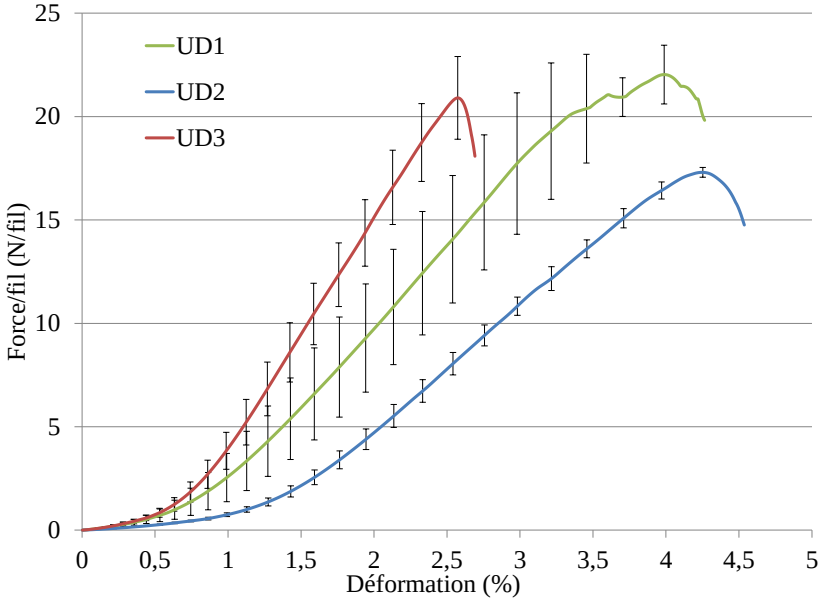
Comme la pente en effort spécifique est calculée par fil, la contexture du renfort n'entre pas en jeu dans la variabilité des résultats. Ainsi, il paraît intéressant de comparer ces valeurs avec celles des pentes à l'échelle fil, présentées dans le chapitre 3. Pour les trois renforts quasi-UD, on peut observer une réduction significative, jusqu'à 85%, de la première pente E1 de l'échelle fil à l'échelle tissu sous l'effet du tissage. En effet, l'ondulation du fil dans le tissu dans la direction trame conduit à une pente en effort par fil

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

(E1) faible dans le premier intervalle de déformation [0-0,5%]. Cette diminution est atténuée dans le second intervalle [1,4–1,8%] avec la pente E2. Le procédé de tissage a un fort impact sur la rigidité du fil en fibres long brin (Y1).

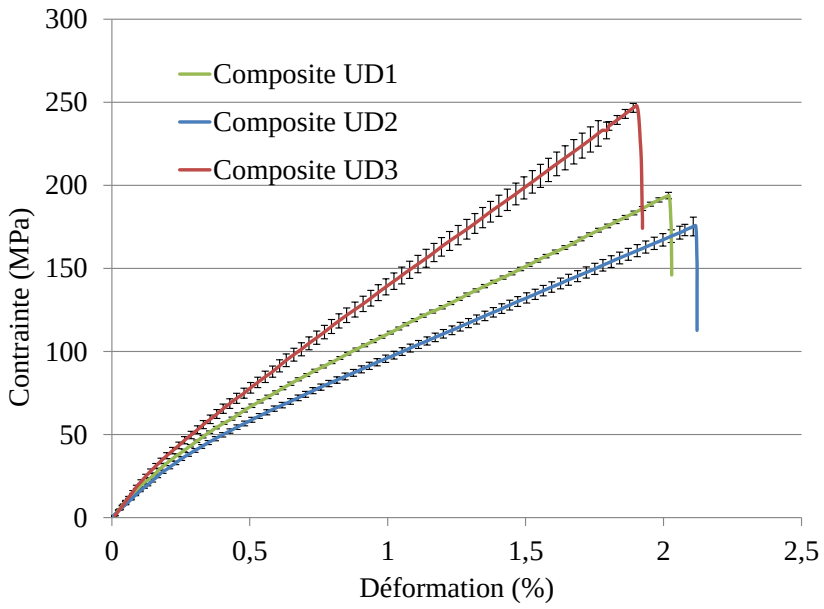


(a) A l'échelle fil



(b) A l'échelle tissu

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(c) A l'échelle composite

Figure 5-3: Propriétés mécaniques de différents fils : courbes de traction en fonction de la déformation aux échelles (a), (b) et (c)

Un résumé de l'étude statistique des propriétés mécaniques et les variabilités en CV% et LPE% sont présentés dans les **Tableau 5-1**, **Tableau 5-2** et **Tableau 5-3** pour respectivement les trois fils Y1, Y2 et Y3 aux échelles fil, avant et après tissage, quasi-UD et composite.

Tableau 5-1. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le fil Y1

Propriétés mécaniques		**Y1-LB9.5**	**Y1-UD1**	**UD1-Y1-LB9.5**	**Composite UD1**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	32,7 ± 3,4	31,4 ± 4,3	22,7 ± 1,5	194 ± 3,5
	CV %	10,6	13,5	6,4	1,8
	LPE à 95%	7,4	9,5	7,4	3,3
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	1,93 ± 0,18	4,24 ± 0,39	3,75 ± 0,29	2,03 ± 0,05
	CV %	9,5	9,3	7,9	2,6
	LPE à 95%	6,7	6,5	9	4,8
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	1351 ± 135	284 ± 69	118 ± 44	16,1 ± 0,3
	CV %	10	24	37,5	1,7
	LPE à 95%	7	17	43,2	3,2
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	1805 ± 153	655 ± 73	745 ± 133	10,7 ± 0,1
	CV %	8,5	11	17,8	0,7
	LPE à 95%	6	8	20,5	1,3

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-2. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le fil Y2

Propriétés mécaniques		Y2-E9.5	Y2-UD2	UD2-Y2-E9.5	Composite UD2
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	17,3 ± 3,6	17,7 ± 0,4	176 ± 5
	CV %	18,1	21	2,1	2,9
	LPE à 95%	8,9	10,4	2,4	4
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	2,55 ± 0,21	4,27 ± 0,1	2,12 ± 0,05
	CV %	9,1	8,1	2,4	2,5
	LPE à 95%	4,5	4	2,7	3,4
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	124 ± 54	47 ± 5,6	14,8 ± 0,6
	CV %	44	44	12,1	4,1
	LPE à 95%	22	22	13,9	5,7
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	531 ± 83	457 ± 50	9 ± 0,25
	CV %	17,6	16	11	2,8
	LPE à 95%	8,7	8	12,6	3,9

Tableau 5-3. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le fil Y3

Propriétés mécaniques		Y3-ROV1050	Y3-UD3	UD3-Y3-ROV1050	Composite UD3
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	24,1 ± 1,8	27,9 ± 3	21,2 ± 1,9	248 ± 10
	CV %	7,6	10,6	8,8	4
	LPE à 95%	5,4	7,5	10,1	5,6
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	2,63 ± 0,12	2,46 ± 0,22	2,6 ± 0,05	1,9 ± 0,07
	CV %	4,5	8,8	1,7	3,8
	LPE à 95%	3,2	6,2	2	5,3
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	1016 ± 142	639 ± 102	137 ± 31	19,6 ± 1,1
	CV %	14	16	22,6	5,7
	LPE à 95%	9,9	11,3	26	8
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	1425 ± 250	1273 ± 143	1121 ± 43	13 ± 0,1
	CV %	17,5	11	3,8	1,2
	LPE à 95%	12,3	7,9	4,4	1,6

L'analyse statistique montre que la variabilité des échantillons d'un même lot de composite est considérablement réduite par rapport à la variabilité au niveau du fil et des renforts. Alors que le coefficient de variation (CV%) de la force maximale commence à environ 11%, 18% et 8% pour respectivement Y1, Y2 et Y3, il est autour de 2-4% à l'échelle

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

composite. Ceci prouve que la variabilité n'est plus aussi significative une fois que le renfort sec est imprégné. De plus, la limite pratique à 95% reste inférieure à 10% à l'échelle composite. Cette valeur peut être améliorée considérablement en augmentant le nombre d'essais et par conséquent la population des N échantillons. Par exemple, pour diminuer la LPE% sur la contrainte maximale du composite UD03 initialement de 5,6%, il aurait fallu tester 11 échantillons afin d'avoir une valeur de LPE% inférieure à 3%.

Concernant les résultats à l'échelle des renforts secs, les valeurs de variabilité CV% les plus élevées sont obtenues à l'échelle des UD et en particulier avec les pentes du renfort quasi-UD UD1-Y1. Pour les mêmes qualités de fil, cette pente présente le plus de variabilité. Les fils possédant une faible torsion Y1 et Y3 présentent des LPE% élevées pour la première pente E1 qui peuvent être expliqués par la baisse non uniforme de la rigidité causée par sa dégradation au cours du tissage. Or plusieurs sollicitations entrent en jeu lors du tissage ce qui peut accentuer l'hétérogénéité du lot de fil. En revanche, pour le fil Y2 à forte torsion, on a remarqué initialement une importante variabilité au sein du lot, traduite par un CV% élevé à l'échelle fil (avant et après tissage). Lorsque le fil est figé dans une structure, ce CV% diminue considérablement.

Afin de compléter la comparaison multi-échelle des différents lots, on a calculé la variable t pour le même lot à différentes échelles de la préforme sèche (fil, fil après tissage, tissu par fil). En ce qui concerne l'échelle composite, la variable t est présentée plus loin dans ce chapitre dans l'étude de la comparaison des performances mécaniques des différentes gammes de composites. Pour chaque combinaison de lots, les valeurs t sont reportées aux **Tableau 5-4**, **Tableau 5-5** et **Tableau 5-6** et celles surlignées en gris sont statistiquement différentes. Comme expliqué précédemment, une valeur t n'appartenant pas à $]-1.96, 1.96[$ signifie que les deux paramètres étudiés sont statistiquement différents.

La comparaison inter-échelle montre que la majorité des résultats trouvés sont statistiquement différents. En terme de force, le fil Y1 avant et après tissage et le fil Y2 aux échelles fil, fil après tissage et tissu présentent des résultats similaires. Pour la déformation, il n'y a que le fil roving Y3 avec les combinaisons (tissu, fil avant tissage) et (tissu, fil après tissage) qui ont des résultats semblables. Pour la 2ème pente E2, tous les fils avant et après tissage sont statistiquement équivalents pour les fils Y2 et Y3.

Tableau 5-4. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du quasi-UD UD1-Y1

Test t Force	**Y1-LB9.5**	**Y1-UD1**	**UD1-Y1-LB9.5**	**Test t Déformation**	**Y1-LB9.5**	**Y1-UD1**	**UD1-Y1-LB9.5**
Y1-LB9.5	0	0,75	7,89	**Y1-LB9.5**	0	-17,01	-12,85
Y1-UD1	-0,75	0	5,74	**Y1-UD1**	17,01	0	2,74
UD1-Y1-LB9.5	-7,89	-5,74	0	**UD1-Y1-LB9.5**	12,85	-2,74	0

Test t Pente E1	**Y1-LB9.5**	**Y1-UD1**	**UD1-Y1-LB9.5**	**Test t Pente E2**	**Y1-LB9.5**	**Y1-UD1**	**UD1-Y1-LB9.5**
Y1-LB9.5	0	22,26	26,23	**Y1-LB9.5**	0	21,45	13,83
Y1-UD1	-22,26	0	5,65	**Y1-UD1**	-21,45	0	-1,41
UD1-Y1-LB9.5	-26,23	-5,65	0	**UD1-Y1-LB9.5**	-13,83	1,41	0

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-5. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du quasi-UD UD2-Y2

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-UD2	UD2-Y2-E9.5	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-UD2	UD2-Y2-E9.5
Y2-E9.5	0	1,80	2,17	Y2-E9.5	0	8,89	-5,46
Y2-UD2	-1,80	0	-0,35	Y2-UD2	-8,89	0	-21,48
UD2-Y2-E9.5	-2,17	0,35	0	UD2-Y2-E9.5	5,46	21,48	0

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-UD2	UD2-Y2-E9.5	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-UD2	UD2-Y2-E9.5
Y2-E9.5	0	3,87	5,98	Y2-E9.5	0	0,92	2,89
Y2-UD2	-3,87	0	4,46	Y2-UD2	-0,92	0	2,15
UD2-Y2-E9.5	-5,98	-4,46	0	UD2-Y2-E9.5	-2,89	-2,15	0

Tableau 5-6. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du quasi-UD UD3-Y3

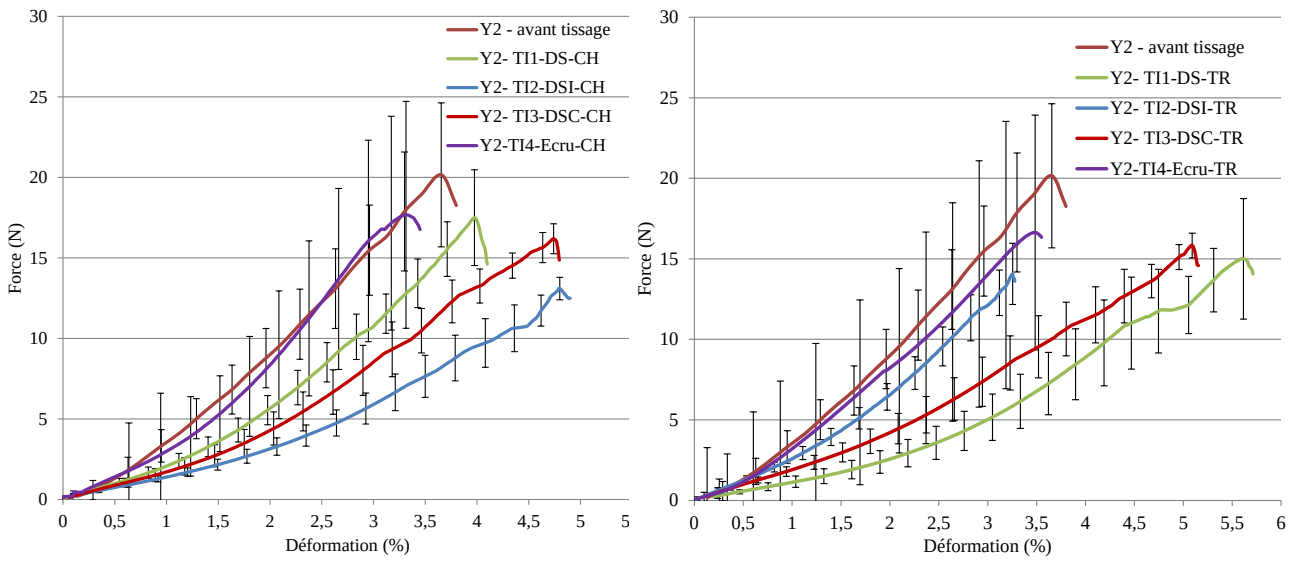
Test t Force	Y3-ROV1050	Y3-UD3	UD3-Y3-ROV1050	Test t Déformation	Y3-ROV1050	Y3-UD3	UD3-Y3-ROV1050
Y3-ROV1050	0	-3,43	2,84	Y3-ROV1050	0	2,15	0,68
Y3-UD3	3,43	0	5,26	Y3-UD3	-2,15	0	-1,92
UD3-Y3-ROV1050	-2,84	-5,26	0	UD3-Y3-ROV1050	-0,68	1,92	0

Test t Pente E1	Y3-ROV1050	Y3-UD3	UD3-Y3-ROV1050	Test t Pente E2	Y3-ROV1050	Y3-UD3	UD3-Y3-ROV1050
Y3-ROV1050	0	6,82	18,70	Y3-ROV1050	0	1,67	3,74
Y3-UD3	-6,82	0	14,30	Y3-UD3	-1,67	0	3,09
UD3-Y3-ROV1050	-18,70	-14,30	0	UD3-Y3-ROV1050	-3,74	-3,09	0

5.2.2 Tissu toile : influence du traitement sur tissu

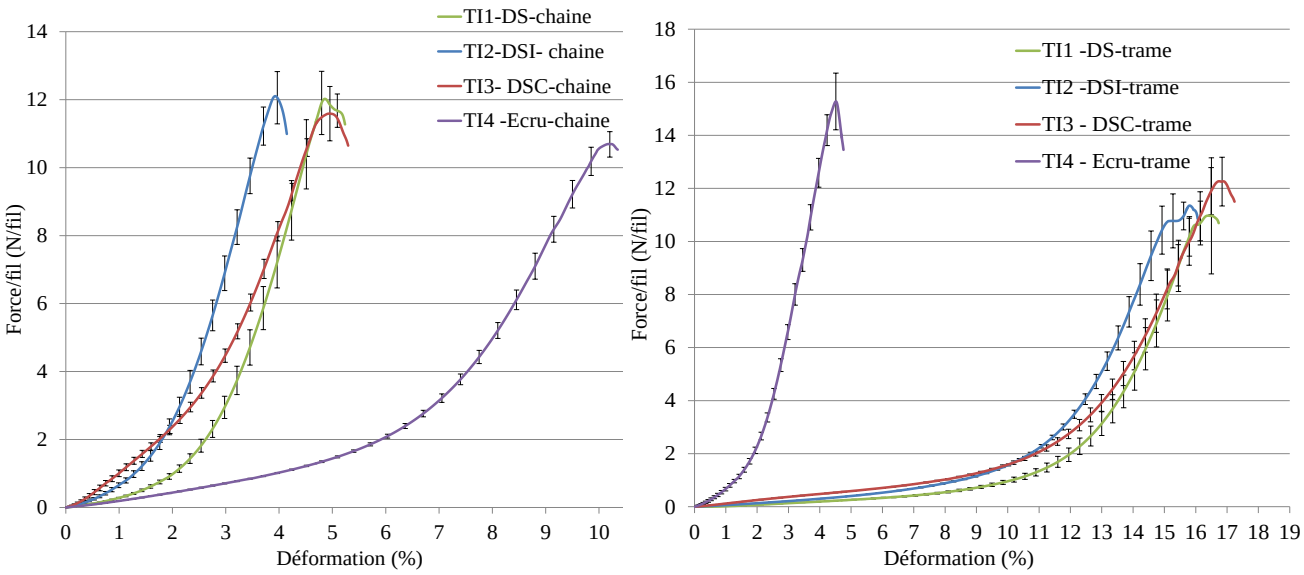
Cette étude inter-échelle établie avec le même fil Y2, nous permet d'étudier l'influence des traitements post-tissage et également la comparaison entre les directions de tissage (chaine et trame). Les différentes courbes des propriétés mécaniques aux échelles fils, tissu et composite sont regroupées sur la **Figure 5-4**.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



Chaine Trame

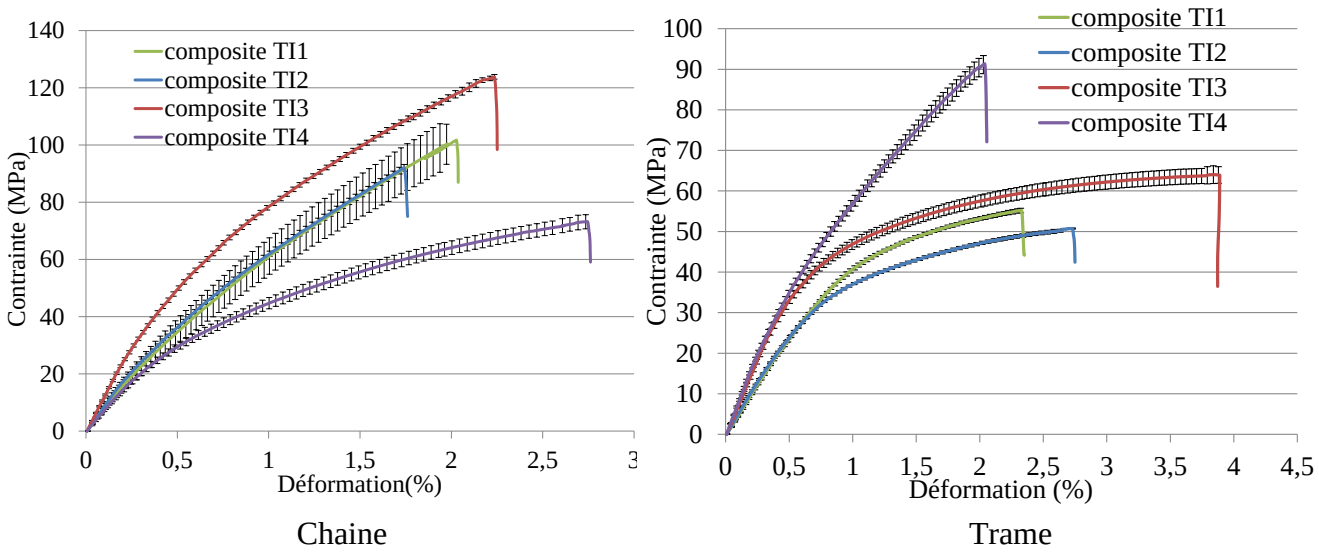
(a) A l'échelle fil



Chaine Trame

(b) A l'échelle tissu

© 2017 Tous droits réservés. lilliad.univ-lille.fr



(c) A l'échelle composite

Figure 5-4: Propriétés mécaniques des tissus traités : courbes de traction en fonction de la déformation aux échelles (a), (b) et (c)

A l'échelle fil, après les différents traitements, on remarque une perte de rigidité dans les deux directions ainsi qu'une augmentation significative de la déformation en particulier dans la direction trame, et ce comparativement aux propriétés initiales du fil. Cependant, à l'échelle tissu, la différence entre le tissu écru (TI4-Ecru) et les tissus traités ainsi que la direction chaîne et la direction trame est plus accentuée. D'une manière générale, une légère baisse de la force est observée à l'échelle tissu avec une moyenne de 12 N/fil dans les deux directions, sauf pour le tissu écru (TI4-Ecru) dans la direction trame, avec une force autour de 20 N pour le fil avant tissage et de 15 N pour les fils après tissage.

De plus, le suivi des propriétés aux échelles fil (après tissage) se retrouve à l'échelle tissu dans la direction trame avec une augmentation significative de la déformation des tissus traités due aux fortes sollicitations exercées lors des traitements post-tissage. Cependant, dans la direction chaine, ce suivi des propriétés s'inverse, notamment par rapport à la déformation. En réponse à cette augmentation conséquente de la déformation en trame des tissus par le maintien dans cette direction au cours des traitements, la structure en direction chaîne perd en déformabilité et se rigidifie. Ce qui peut expliquer ces courbes fortement rigides après le désencollage et le séchage. A l'échelle composite, on garde les mêmes tendances qu'à l'échelle tissu, sauf pour le tissu TI3-DSC en raison de son important taux de fibres V_f.

Pour l'étude statistique, de même que l'analyse réalisée pour les renforts quasi-UD, les résultats étudiés avec la loi de STUDENT sont présentés dans les **Tableau 5-7**, **Tableau 5-8**, **Tableau 5-9** et **Tableau 5-10**. A l'échelle composite, le taux de variation au sein du même échantillon reste faible pour la contrainte et la déformation maximales. Cependant, le module calculé sur deux pentes représente généralement plus de variabilité, en particulier la première pente, atteignant un LPE 95% de 17,4% pour le composite TI4-TR. Pour le tissu écru, la variabilité des échantillons en fonction de la force et de la déformation reste relativement acceptable. Mais à l'échelle des tissus secs, cette variabilité semble augmenter après les traitements. En effet, les propriétés mécaniques des échantillons sont modifiées par les différentes sollicitations subies lors de ces traitements ce qui crée encore plus de variabilité dans la matière. Nous remarquons aussi qu'une forte

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

variabilité à l'échelle fil ne se traduit pas forcément par une forte variabilité à l'échelle composite.

Tableau 5-7. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu écru TI4-Ecru

Direction chaine		**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-CH**	**TI4-ECRU-CH**	**Composite TI4 -CH**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	15,6 ± 3,2	10,7 ± 0,5	73 ± 2,5
	CV %	18,1	20	5,1	3,4
	LPE à 95%	8,9	14,4	5,8	3,05
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	3,5 ± 0,7	10,2 ± 0,24	2,8 ± 0,27
	CV %	9,1	19,4	2,4	9,9
	LPE à 95%	4,5	13,7	2,7	8,9
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	227 ± 78	23 ± 0,6	7,3 ± 0,45
	CV %	44	34,5	2,6	6,1
	LPE à 95%	22	24,3	3	5,5
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	572 ± 142	248 ± 11	4,6 ± 0,16
	CV %	17,6	25	4,4	3,5
	LPE à 95%	8,7	17,5	5	3,1

Direction trame		**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-TR**	**TI4-ECRU-TR**	**Composite TI4-TR**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	16,5 ± 3,7	15,8 ± 0,7	93 ± 2
	CV %	18,1	22	4,5	2,1
	LPE à 95%	8,9	15,8	5,2	1,8
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	3,4 ± 0,35	4,6 ± 0,1	2,1 ± 0,08
	CV %	9,1	10,4	2,6	3,7
	LPE à 95%	4,5	7,3	3	3,3
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	189 ± 38	51 ± 9,8	8,2 ± 0,7
	CV %	44	20,3	19,2	8,4
	LPE à 95%	22	14,3	22	7,5
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	530 ± 58	529 ± 25	6 ± 0,17
	CV %	17,6	11	4,7	2,8
	LPE à 95%	8,7	7,8	5,4	2,5

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-8. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu traité TI1-DS

Direction Chaine		**Y2-E9.5**	**Y2-TI1-CH**	**TI1-DS-CH**	**Composite TI1-CH**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	17,7 ± 4,7	12,3 ± 0,6	104 ± 5
	CV %	18,1	27	5	4,8
	LPE à 95%	8,9	18,9	5,7	4,3
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	3,7 ± 0,7	4,8 ± 0,4	2,1 ± 0,13
	CV %	9,1	20	8,3	6,1
	LPE à 95%	4,5	14	9,5	5,4
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	196 ± 36	42 ± 3	8,2 ± 0,82
	CV %	44	18,7	7	10
	LPE à 95%	22	13	8,1	8,9
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	373 ± 48	303 ± 50	6,1 ± 0,25
	CV %	17,6	13	16	4,1
	LPE à 95%	8,7	9	18,9	3,6

Direction Trame		**Y2-E9.5**	**Y2-TI1-TR**	**TI1-DS-TR**	**Composite TI1-TR**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	14,7 ± 3,9	12 ± 1	56 ± 0,8
	CV %	18,1	27	8,1	1,4
	LPE à 95%	8,9	18,9	9,3	1,3
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	4,9 ± 1,1	16,5 ± 0,4	2,4 ± 0,12
	CV %	9,1	22,1	2,3	5,1
	LPE à 95%	4,5	15,6	2,7	4,5
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	114 ± 31	6,2 ± 0,2	5,1 ± 1
	CV %	44	27	3,2	19,5
	LPE à 95%	22	19,4	3,7	17,4
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	151 ± 47	98 ± 16	4,5 ± 0,17
	CV %	17,6	31	16,5	3,8
	LPE à 95%	8,7	22	19	3,4

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-9. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu traité TI2-DSI

Direction Chaine		**Y2-E9.5**	**Y2-TI2-CH**	**TI2-DSI-CH**	**Composite TI2-CH**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	11,9 ± 2,3	12,4 ± 0,6	94 ± 2,3
	CV %	18,1	19,5	4,7	2,5
	LPE à 95%	8,9	13,8	5,4	2,2
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	4,3 ± 0,6	4 ± 0,06	1,8 ± 0,07
	CV %	9,1	19,5	1,5	3,8
	LPE à 95%	4,5	13,8	1,7	3,4
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	136 ± 21	102 ± 5,1	9 ± 0,4
	CV %	44	15,5	4,9	4,5
	LPE à 95%	22	11	5,7	3,4
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	182 ± 35	592 ± 51	6,2 ± 0,16
	CV %	17,6	19	8,6	2,6
	LPE à 95%	8,7	13,5	10	2,3

Direction Trame		**Y2-E9.5**	**Y2-TI2-TR**	**TI2-DSI-TR**	**Composite TI2-TR**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	14,6 ± 2,3	11,5 ± 0,5	51 ± 0,8
	CV %	18,1	15,7	4,1	1,6
	LPE à 95%	8,9	11	4,7	1,4
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	3,2 ± 0,3	15,6 ± 0,6	2,8 ± 0,12
	CV %	9,1	8,4	3,9	4,4
	LPE à 95%	4,5	5,9	4,4	3,9
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	242 ± 40	8,1 ± 0,2	5,4 ± 0,25
	CV %	44	16,7	2,9	4,6
	LPE à 95%	22	11,7	3,3	4,1
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	418 ± 58	144 ± 34	4,3 ± 0,05
	CV %	17,6	14	23,6	1,2
	LPE à 95%	8,7	9,8	27	1

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-10. Suivi multi-échelle des propriétés mécaniques pour le tissu traité TI3-DSC

Direction Chaine		**Y2-E9.5**	**Y2-TI3-CH**	**TI3-DSC-CH**	**Composite TI3-CH**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	14,9 ± 2,6	11,9 ± 0,5	125 ± 1,7
	CV %	18,1	17,7	4,6	1,3
	LPE à 95%	8,9	12,5	5,3	1,2
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	4,3 ± 0,7	5 ± 0,2	2,3 ± 0,11
	CV %	9,1	16,5	3,7	4,9
	LPE à 95%	4,5	11,7	4,3	4,4
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	172 ± 61	127 ± 8,6	12,2 ± 0,8
	CV %	44	35,8	6,7	6,4
	LPE à 95%	22	25	7,8	5,8
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	270 ± 64	287 ± 11	8 ± 0,07
	CV %	17,6	23,7	3,9	0,9
	LPE à 95%	8,7	16,7	4,4	0,8

Direction Trame		**Y2-E9.5**	**Y2-TI3-TR**	**TI3-DSC-TR**	**Composite TI3-TR**
Force maximale (N) / Contrainte maximale (MPa)	Moyenne	20,2 ± 3,6	14,4 ± 2,1	13,1 ± 1,2	64 ± 1,8
	CV %	18,1	14,5	9,5	2,9
	LPE à 95%	8,9	10	10,9	2,5
Déformation à force maximale (%)	Moyenne	3,65 ± 0,33	4,4 ± 0,7	17,1 ± 0,5	3,8 ± 0,23
	CV %	9,1	15,3	2,8	5,9
	LPE à 95%	4,5	10,7	3,2	5,2
1ère pente E1 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	301 ± 134	194 ± 49	11,6 ± 0,3	7,7 ± 0,81
	CV %	44	25,3	2,3	10,5
	LPE à 95%	22	17,8	2,6	9,4
2ème pente E2 (N) / (N/fil) / (GPa)	Moyenne	569 ± 100	238 ± 69	96 ± 11	5,4 ± 0,45
	CV %	17,6	29	12	8,4
	LPE à 95%	8,7	20,5	14	7,5

De même, les valeurs de la variable t pour chaque combinaison de lot et chaque direction sont reportées aux **Tableau 5-11, Tableau 5-12, Tableau 5-13, Tableau 5-14, Tableau 5-15, Tableau 5-16**, **Tableau 5-17** et **Tableau 5-18.** Pour le tissu écru TI4, les résultats de la déformation du fil avant et après tissage sont similaires dans les deux directions. Egalement, la 2nde pente E2, assimilable au module en effort, représente des valeurs

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

équivalentes à toutes les échelles avec des valeurs de la variable t entre 0,05 et 1,07. Cependant, une fois traités, les fils et les tissus présentent moins de similairités. Pour le tissu désencollé séché TI1, le comportement du fil avant et après tissage, dans la direction chaine, est semblable en termes de force et déformation mais dans la direction trame toutes les valeurs sont statistiquement différentes. Ce phénomène peut être expliqué par les fortes modifications apportées au fil en particulier et au tissu en général après le procédé de désencollage et séchage (comme démontré au cours des chapitres précédents). En ce qui concerne le tissu TI2-DSI, on retrouve des résultats plus proches statistiquement avec le tissu et le fil après tissage ; résultats qui sont similaires dans la direction chaine en force et déformation ainsi que pour le fil avant et après tissage pour la 1ère pente E1. Pour le calandré TI3-DSC, les similarités sont trouvées seulement avec la combinaison fil après tissage et tissu : en pente E2 pour la direction chaine et en force pour la direction trame

Tableau 5-11. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI4-Ecru en chaine

Test t Force	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-CH**	**TI4-ECRU-CH**	**Test t Déformation**	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-CH**	**TI4-ECRU-CH**
Y2-E9.5	0	3,02	8,19	**Y2-E9.5**	0	0,61	-43,75
Y2-TI4-CH	-3,02	0	4,73	**Y2-TI4-CH**	-0,61	0	-27,23
TI4-ECRU-CH	-8,19	-4,73	0	**TI4-ECRU-CH**	43,75	27,23	0

Test t Pente E1	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-CH**	**TI4-ECRU-CH**	**Test t Pente E2**	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-CH**	**TI4-ECRU-CH**
Y2-E9.5	0	1,51	6,56	**Y2-E9.5**	0	-0,05	10,03
Y2-TI4-CH	-1,51	0	8,27	**Y2-TI4-CH**	0,05	0	7,17
TI4-ECRU-CH	-6,56	-8,27	0	**TI4-ECRU-CH**	-10,03	-7,17	0

Tableau 5-12. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI4-Ecru en trame

Test t Force	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-TR**	**TI4-ECRU-TR**	**Test t Déformation**	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-TR**	**TI4-ECRU-TR**
Y2-E9.5	0	2,27	3,73	**Y2-E9.5**	0	1,64	-8,37
Y2-TI4-TR	-2,27	0	0,58	**Y2-TI4-TR**	-1,64	0	-10,05
TI4-ECRU-TR	-3,73	-0,58	0	**TI4-ECRU-TR**	8,37	10,05	0

Test t Pente E1	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-TR**	**TI4-ECRU-TR**	**Test t Pente E2**	**Y2-E9.5**	**Y2-TI4-TR**	**TI4-ECRU-TR**
Y2-E9.5	0	2,54	5,87	**Y2-E9.5**	0	1,07	1,19
Y2-TI4-TR	-2,54	0	10,79	**Y2-TI4-TR**	-1,07	0	0,05
TI4-ECRU-TR	-5,87	-10,79	0	**TI4-ECRU-TR**	-1,19	-0,05	0

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-13. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI1-DS en chaine

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-TI1-CH	TI1-DS-CH	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-TI1-CH	TI1-DS-CH
Y2-E9.5	0	1,34	6,75	**Y2-E9.5**	0	-0,20	-5,55
Y2-TI1-CH	-1,34	0	3,58	**Y2-TI1-CH**	0,20	0	-3,87
TI1-DS-CH	-6,75	-3,58	0	**TI1-DS-CH**	5,55	3,87	0

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-TI1-CH	TI1-DS-CH	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-TI1-CH	TI1-DS-CH
Y2-E9.5	0	2,39	6,11	**Y2-E9.5**	0	5,59	6,87
Y2-TI1-CH	-2,39	0	13,43	**Y2-TI1-CH**	-5,59	0	2,59
TI1-DS-CH	-6,11	-13,43	0	**TI1-DS-CH**	-6,87	-2,59	0

Tableau 5-14. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI1-DS en trame

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-TI1-TR	TI1-DS-TR	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-TI1-TR	TI1-DS-TR
Y2-E9.5	0	3,28	6,70	**Y2-E9.5**	0	-3,44	-62,05
Y2-TI1-TR	-3,28	0	2,06	**Y2-TI1-TR**	3,44	0	-29,66
TI1-DS-TR	-6,70	-2,06	0	**TI1-DS-TR**	62,05	29,66	0

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-TI1-TR	TI1-DS-TR	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-TI1-TR	TI1-DS-TR
Y2-E9.5	0	4,30	6,96	**Y2-E9.5**	0	11,96	14,53
Y2-TI1-TR	-4,30	0	11,00	**Y2-TI1-TR**	-11,96	0	3,21
TI1-DS-TR	-6,96	-11,00	0	**TI1-DS-TR**	-14,53	-3,21	0

Tableau 5-15. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI2-DSI en chaine

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-TI2-CH	TI2-DSI-CH	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-TI2-CH	TI2-DSI-CH
Y2-E9.5	0	6,14	6,67	**Y2-E9.5**	0	-3,00	-3,25
Y2-TI2-CH	-6,14	0	-0,64	**Y2-TI2-CH**	3,00	0	1,57
TI2-DSI-CH	-6,67	0,64	0	**TI2-DSI-CH**	3,25	-1,57	0

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-TI2-CH	TI2-DSI-CH	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-TI2-CH	TI2-DSI-CH
Y2-E9.5	0	3,85	4,69	**Y2-E9.5**	0	11,55	-0,59
Y2-TI2-CH	-3,85	0	4,84	**Y2-TI2-CH**	-11,55	0	-16,17
TI2-DSI-CH	-4,69	-4,84	0	**TI2-DSI-CH**	0,59	16,17	0

Tableau 5-16. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI2-DSI en trame

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-TI2-TR	TI2-DSI-TR	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-TI2-TR	TI2-DSI-TR
Y2-E9.5	0	4,15	7,50	**Y2-E9.5**	0	3,19	-41,51
Y2-TI2-TR	-4,15	0	4,07	**Y2-TI2-TR**	-3,19	0	-43,57
TI2-DSI-TR	-7,50	-4,07	0	**TI2-DSI-TR**	41,51	43,57	0

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-TI2-TR	TI2-DSI-TR	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-TI2-TR	TI2-DSI-TR
Y2-E9.5	0	1,33	6,91	**Y2-E9.5**	0	4,13	12,11
Y2-TI2-TR	-1,33	0	18,49	**Y2-TI2-TR**	-4,13	0	11,50
TI2-DSI-TR	-6,91	-18,49	0	**TI2-DSI-TR**	-12,11	-11,50	0

Tableau 5-17. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI3-DSC en chaine

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-TI3-CH	TI3-DSC-CH	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-TI3-CH	TI3-DSC-CH
Y2-E9.5	0	3,77	7,15	**Y2-E9.5**	0	-2,66	-9,82
Y2-TI3-CH	-3,77	0	3,52	**Y2-TI3-CH**	2,66	0	-2,93
TI3-DSC-CH	-7,15	-3,52	0	**TI3-DSC-CH**	9,82	2,93	0

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-TI3-CH	TI3-DSC-CH	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-TI3-CH	TI3-DSC-CH
Y2-E9.5	0	2,77	4,09	**Y2-E9.5**	0	7,96	8,81
Y2-TI3-CH	-2,77	0	2,29	**Y2-TI3-CH**	-7,96	0	-0,82
TI3-DSC-CH	-4,09	-2,29	0	**TI3-DSC-CH**	-8,81	0,82	0

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-18. Résultats du test t-Student pour le suivi matière du tissu TI3-DSC en trame

Test t Force	Y2-E9.5	Y2-TI3-TR	TI3-DSC-TR	Test t Déformation	Y2-E9.5	Y2-TI3-TR	TI3-DSC-TR
Y2-E9.5	0	4,40	5,64	**Y2-E9.5**	0	-3,06	-54,51
Y2-TI3-TR	-4,40	0	1,52	**Y2-TI3-TR**	3,06	0	-40,36
TI3-DSC-TR	-5,64	-1,52	0	**TI3-DSC-TR**	54,51	40,36	0

Test t Pente E1	Y2-E9.5	Y2-TI3-TR	TI3-DSC-TR	Test t Pente E2	Y2-E9.5	Y2-TI3-TR	TI3-DSC-TR
Y2-E9.5	0	2,37	6,83	**Y2-E9.5**	0	8,62	14,78
Y2-TI3-TR	-2,37	0	11,77	**Y2-TI3-TR**	-8,62	0	6,35
TI3-DSC-TR	-6,83	-11,77	0	**TI3-DSC-TR**	-14,78	-6,35	0

Par la suite, une analyse statistique de variance ANOVA à deux facteurs est réalisée afin de définir l'impact de quelques paramètres clés et la probabilité que leurs effets soient aléatoires ou non.

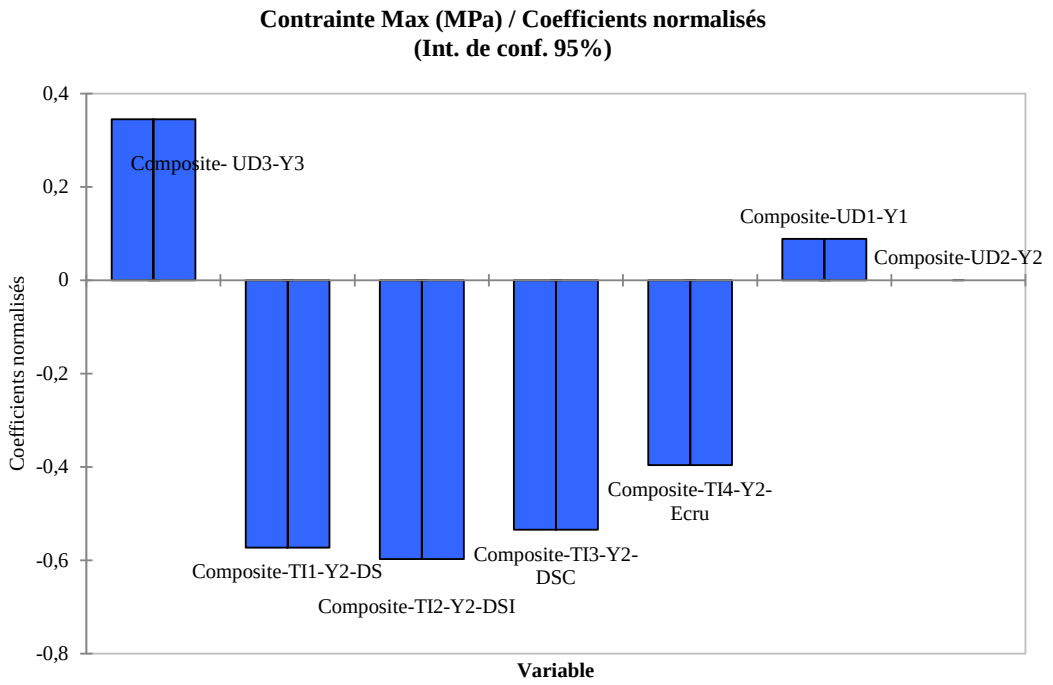
5.2.3 Influence du type de renfort à l'échelle composite

Les composites de quasi-UD ou de tissus traités sont statistiquement étudiés par rapport aux propriétés mécaniques en traction (contrainte et déformation) en utilisant ANOVA. Les résultats sont représentés dans la **Figure 5-5** où l'axe des abscisses présente les variables testées, donc pour notre cas les échantillons composites quasi-UD et tissus dans la direction trame et l'axe des ordonnées est le coefficient normalisé qui est égal au rapport du coefficient de variation de l'échantillon « variable » sur l'échantillon de référence dans un intervalle de confiance de 95%.

Le composite avec le fil Y2, composite UD2-Y2, est pris comme composite de référence pour la comparaison et la direction trame est la direction étudiée. Dans un intervalle de confiance de 95%, en termes de contrainte, l'effet de l'architecture est statistiquement plus important que l'effet du fil. En effet, la contrainte maximale augmente avec le composite UD1 et le composite UD3 mais diminue significativement avec un coefficient de -0,4 pour le composite du tissu écru (TI4) et atteignant -0,6 pour le composite TI2. Les renforts tissés TI1, TI2, TI3 et TI4 présentent une plus faible résistance mécanique par rapport aux composites quasi-UD, résistance accentuée avec les traitements post-tissage en particulier le désencollage et le séchage dans la direction trame.

En termes de déformation, le quasi-UD a un comportement quasi-semblable à celui du tissu écru à base du même fil. De même, les quasi-UD à base du fil Y1 et Y3 sont statistiquement proches. En revanche, l'effet du traitement est très significatif avec une déformation qui augmente après désencollage et séchage et ignifugation. Le traitement de calandrage donne un comportement en déformation très différent avec un coefficient normalisé proche de 1.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



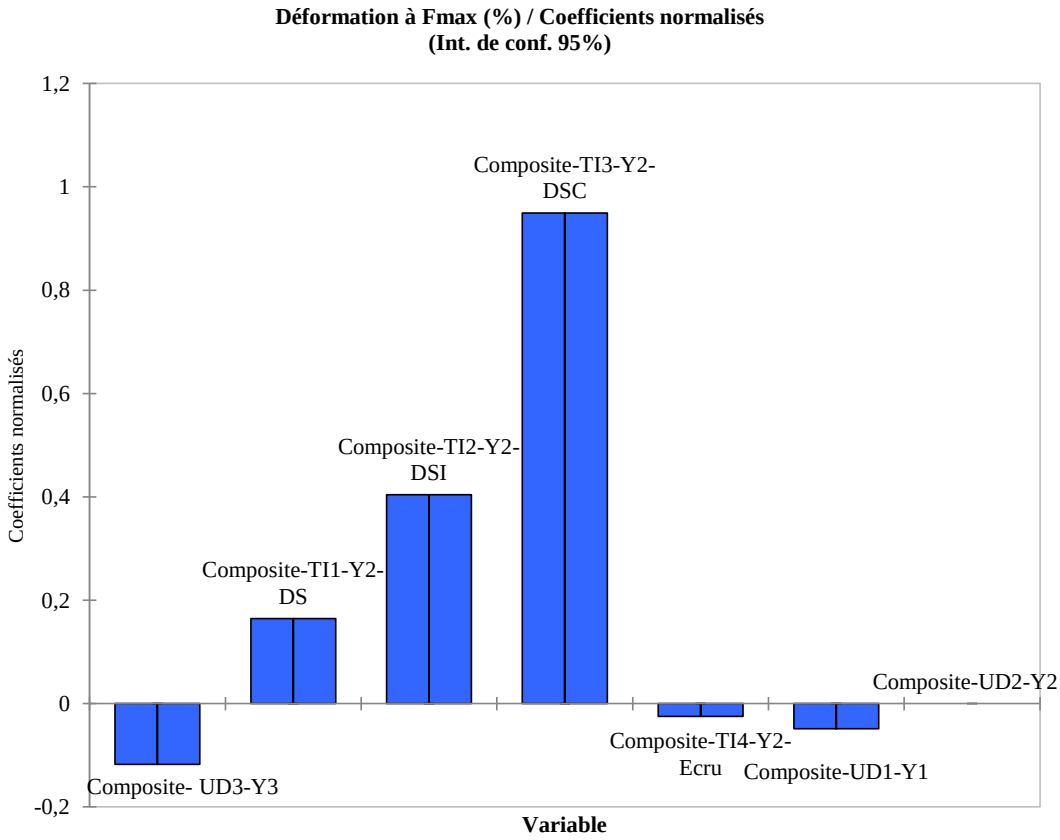


Figure 5-5: Coefficients normalisés des composites en fonction de la contrainte maximale et la déformation dans la direction trame

Dans la direction chaîne, seuls les résultats des tissus traités sont affichés comme indiqué à la **Figure 5-6**. Le composite à base du tissu écru TI4 est pris comme composite de référence. Dans un intervalle de confiance 95%, l'effet du traitement est statistiquement

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

très important sur les paramètres étudiés : contrainte et déformation maximales. Les coefficients normalisées restent importants pour ces deux paramètres : de l'ordre de 0,5-1,2 pour la contrainte et 0,6 – 1,2 pour la déformation. Le sens d'évolution des coefficients est le même pour les trois renforts traités et le composite avec le tissu désencollé séché TI1-DS demeure statistiquement proche des autres tissus traités. De plus, le composite TI1-DS possède un coefficient d'environ 0,8. Par conséquent l'effet du désencollage et du séchage reste prédominant. Ainsi, après le traitement de désencollage et de séchage, le composite a tendance à s'écarter statistiquement en propriétés mécaniques de celui à base du même renfort écru. Ce constat souligne l'importance du contrôle et la maitrise des réglages de ce type de traitement qui est fréquemment utilisé. Par la suite, l'ajout des traitements tels que l'ignifugation ou le calandrage implique l'éloignement ou le rapprochement des coefficients selon le paramètre pris en considération. Par exemple, le composite TI2-DSI est plus proche statistiquement du composite de référence en fonction de la contrainte mais nettement différent en fonction de la déformation, à -1,2 près.

Par ailleurs, ces résultats doivent être analysés avec prudence étant donné que d'autres paramètres au niveau du composite peuvent également accentuer ou être à l'origine de ces différences, en particulier les différentes fractions volumiques des fibres obtenues. Ceci est le cas des composites UD3, TI3-DSI et TI3-DSC qui possèdent des fractions volumiques plus élevées que les autres.

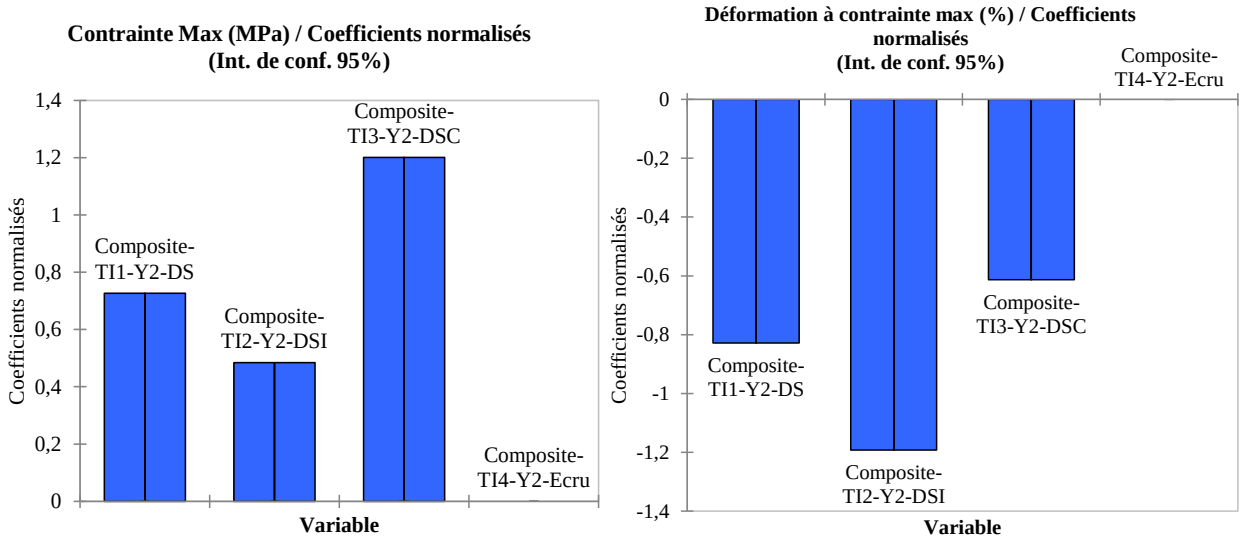


Figure 5-6: Coefficients normalisés des composites à base des tissus traités en fonction de la contrainte maximale et de la déformation dans la direction chaine

En utilisant le test t, seuls quelques tableaux de comparaisons significatives sont présentés (**Tableau 5-19 et Tableau 5-20**). La comparaison des composites des tissus traités dans les deux directions montre des valeurs de déformations égales entre les composite (TI4-CH et TI2-TR) et les composites (TI1-CH et TI4-TR). Ce dernier résultat suit les observations de l'échelle tissu où le comportement en déformation du tissu écru dans la direction trame se rapproche de celui des tissus traités DS et DSC dans la direction chaine (voir **Figure 4-7.**(b)). De même, pour la 1ère pente E1, le composite TI4-TR et le composite TI1-CH présentent des résultats similaires.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-19. Comparaison entre les composites avec les tissus traités dans les directions chaine et trame (exemple pour la déformation et la pente E1)

Test t / Déformation	Composite TI4 -TR	Composite TI1-TR	Composite TI2-TR	Composite TI3-TR
Composite TI4 -CH	5,56	3,03	0,00	-6,30
Composite TI1-CH	0,00	-3,79	-8,85	-14,39
Composite TI2-CH	-6,31	-9,66	-16,10	-18,60
Composite TI3-CH	3,29	-1,37	-6,87	-13,16

Test t / Pente E1	Composite TI4 -TR	Composite TI1-TR	Composite TI2-TR	Composite TI3-TR
Composite TI4 -CH	-2,42	4,49	8,25	-0,97
Composite TI1-CH	0,00	5,36	7,30	0,97
Composite TI2-CH	2,22	8,10	17,07	3,22
Composite TI3-CH	8,41	12,40	18,14	8,84

Pour les différentes combinaisons au sein du même lot de composite tissus traitées dans la direction trame (**Tableau 5-20**), le calcul de la variable t montre une similarité des résultats entre les composites TI3-TR et TI4-TR pour les pentes E1 et E2. Donc le composite du tissu écru et celui du tissu désencollé séché calandré présentent des rigidités en traction statistiquement comparables sur les deux intervalles de déformations. Ce constat est complètement différent du résultat trouvé à l'échelle tissu ou les pentes de ces deux tissus sont nettement différentes. Ensuite, les résultats de la pente E1 sont semblables pour les composites TI1-DS-TR et TI2-DSI-TR. Ceci est conforme aux conclusions trouvées pour les autres échelles. Pour la direction chaine, les résultats sont majoritairement différents selon le calcul de t-Student.

Tableau 5-20. Comparaison entre les composites à base de tissus traités dans les directions chaine et trame (exemple pour les pentes E1 et E2)

Test t / Pente E1	Composite TI4 -TR	Composite TI1-TR	Composite TI2-TR	Composite TI3-TR
Composite TI4 -TR	0	5,68	8,42	1,04
Composite TI1-TR	-5,68	0	-0,65	-4,52
Composite TI2-TR	-8,42	0,65	0	-6,07
Composite TI3-TR	-1,04	4,52	6,07	0

Test t / Pente E2	Composite TI4 -TR	Composite TI1-TR	Composite TI2-TR	Composite TI3-TR
Composite TI4 -TR	0	4,65	8,83	-1,86
Composite TI1-TR	-4,65	0	2,52	-4,18
Composite TI2-TR	-8,83	-2,52	0	-5,43
Composite TI3-TR	1,86	4,18	5,43	0

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

5.2.4 Analyse multi-échelle du fil Y2

Afin de réaliser le classement des résultats en fonction des coefficients normalisés, une notation est affectée aux échantillons selon la variable « échelle », comme indiqué dans le **Tableau 5-21**. L'échelle 1 représente le fil Y2-E9.5 avant tissage. Nous choisissons cette échelle comme l'échelle de référence donc le modèle statistique s'écrit de façon à la considérer comme échelle de base pour la normalisation. Les résultats en fonction des coefficients normalisés sont représentés sur la **Figure 5-7**. Pour une étude inter-échelle, le paramètre force est compliqué à étudier statistiquement, pour cette raison on a choisi de voir l'influence en fonction de la déformation des matériaux. Selon la **Figure 5-7**, les déformations sont relativement proches de celle du fil Y2 avant tissage avec un coefficient normalisé inférieur à ± 0,2, à l'exception de l'échelle 3 qui représente le tissu écru dans la direction chaine. En effet, le fil Y2 en chaine présente un coefficient supérieur à 0,8 à l'échelle du tissu. Ce phénomène peut traduire l'influence très notable du tissage à l'échelle du tissu et en particulier dans cette direction de tissage. En effet, dans la direction trame, pour le tissu toile et le quasi-UD sergé, la différence en déformation est très faible à l'échelle tissu (échelles 6 et 9) voir négligeable à l'échelle composite (échelle 7 et 10). L'influence de la direction est moins visible à l'échelle du composite mais son effet sur la déformation reste plus dominant que l'effet du type de structure. Egalement, l'échelle tissu, en l'occurrence échelles 3, 6 et 9, présente des coefficients positifs contrairement aux autres échelles.

Tableau 5-21. Tableau de la répartition des échantillons selon l'échelle réelle

	Y2-E9.5	TI4-Ecru-CH			TI4-Ecru-TR			UD2-TR		
Echelle réelle	Fil	Fil	Tissu	Composite	Fil	Tissu	Composite	Fil	Tissu	Composite
Variable : Echelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Paramètre	Déformation à Force maximale (%)									

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

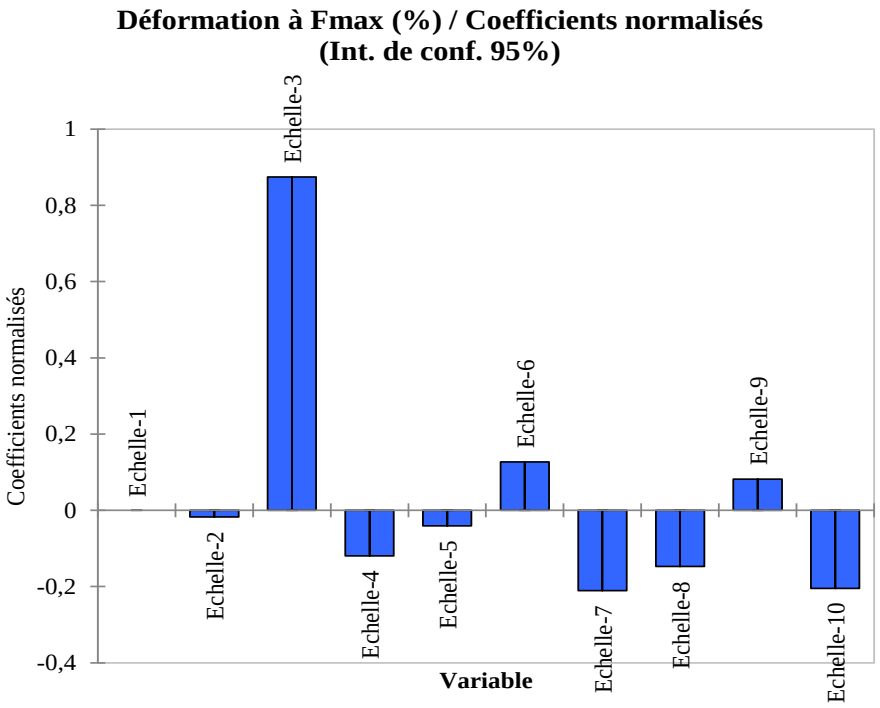


Figure 5-7: Coefficients normalisés à différentes échelles du fil Y2 en fonction de la déformation

La probabilité p est calculée afin de voir s'il y a une différence entre les moyennes des différents groupes selon deux facteurs considérés simultanément et s'il y a une interaction entre les deux facteurs. Ainsi, l'influence du fil étoupe Y2-E9.5 est étudiée avec cette analyse à deux facteurs en prenant en compte les résultats du tissu écru TI4 en chaine et en trame ainsi que le quasi UD UD2 en trame. Cette étude permet de croiser les résultats de la même matière et sur la même échelle. Le paramètre déformation à Force/contrainte maximale a été pris en considération comme expliqué sur le **Tableau 5-22**. Le **Tableau 5-23** présente les résultats trouvés. En comparant les moyennes en lignes, c'est-à-dire la variance du même renfort à différentes échelles, la variance est nettement plus faible dans la direction trame et plus particulièrement avec le quasi-UD. Cependant, dans la direction chaine, on obtient une grande variance proche de 12% due principalement à la valeur de déformation obtenu à l'échelle tissu. Par la suite, avec le test de Fisher, la probabilité p est égale à 0,26 (> 0,05) donc il n'y a pas de différence significative entre les moyennes des trois groupes c'est-à-dire que les variables ne sont pas liées ou le paramètre n'influence pas à lui tout seul la moyenne. On ne peut pas conclure sur l'influence du type d'échantillon.

Dans le sens colonne, la variance au sein de la même échelle des différents renforts est étudiée. On remarque que la variance est nettement plus faible sauf pour l'échelle du tissu (colonne 3) où la grande déformation obtenue donne une variance de l'ordre de 11%. Ces résultats, comme pour ceux déduits de l'analyse des coefficients, montrent que, suivant la même échelle, la variance entre les différentes armures est très faible. La probabilité p obtenue est égale à 0,08 (> 0,05) certes très proche de 0,05 mais de même ne nous permet pas de conclure sur l'influence du paramètre échelle sur la déformation.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-22. Répartition des échantillons pour l'étude statistique

	Déformation à Fmax (%)			
Echelle	Fil Y2	Fil après tissage	Tissu	Composite
TI4-Ecru-CH	3,65	3,53	10,22	2,76
TI4-Ecru-TR	3,65	3,35	4,61	2,07
UD2-TR	3,65	2,55	4,27	2,12

Tableau 5-23. Analyse de variance: deux facteurs sans répétition d'expérience

RAPPORT DÉTAILLÉ	Nombre d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
Ligne 1	4	20,161	5,04	12,1
Ligne 2	4	13,680	3,42	1,095
Ligne 3	4	12,588	3,147	0,98
Colonne 1	3	10,963	3,654	0
Colonne 2	3	9,422	3,141	0,271
Colonne 3	3	19,1	6,367	11,187
Colonne 4	3	6,945	2,315	0,148

Source des variations	F	Probabilité	Valeur critique pour F
Lignes	1,694	0,261	5,143
Colonnes	3,733	0,079	4,758

Etant donné ces probabilités obtenues non concluantes, nous avons décidé d'approfondir notre analyse avec une fonction à un seul facteur afin de nous permettre d'analyser deux à deux les paramètres. Cette étude a pour but de limiter l'effet des groupes en espérant pouvoir mieux isoler les différentes influences. Cette fonction permet de tester s'il y'a une différence significative entre les moyennes de différents groupes selon un seul facteur donné. L'analyse est faite entre les lignes 1-2, lignes 1-3 et lignes 2-3 comme illustré dans le **Tableau 5-24.** L'étude de la variation entre les lignes donne une probabilité p qui varie entre 0,72 et 0,33. Donc, dans ce cas on ne peut pas prouver que le facteur de la direction (lignes 1-2) ou de l'armure (lignes 2-3) a un effet significatif sur la déformation. Par conséquent, il n'y a pas de différence significative entre les groupes.

Tableau 5-24. Analyse de la variance des lignes avec un seul facteur

Source des variations	F	Probabilité	Valeur critique pour F
Entre Groupes Lignes 1-2	0,796	0,407	5,987
Entre Groupes Lignes 1-3	1,096	0,335	5,987
Entre Groupes Lignes 2-3	0,144	0,718	5,987

La même étude est réalisée avec les colonnes mais avec deux différentes lignes (voir le **Tableau 5-25**). On remarque que la variance au sein de la colonne a diminué pour la colonne 3 en enlevant l'effet de la ligne 1 contenant le tissu écru dans la direction chaine.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

L'analyse de la variance entre les colonnes, présentée dans le **Tableau 5-26**, montre que la probabilité est supérieure à 0,05 pour les cas des lignes 1-2 et 1-3, par conséquent, le facteur échelle n'influence pas à lui tout seul la moyenne de la déformation étudiée. En revanche, pour la comparaison entre les lignes 2-3, la probabilité est faible de l'ordre de 0,006 donc il existe une différence significative entre les groupes. La structure à chaque échelle a un effet sur la déformation dans la direction trame.

Tableau 5-25. Analyse de variance: deux facteurs sans répétition d'expérience (exemple de la comparaison entre les lignes 2-3)

RAPPORT DÉTAILLÉ	Nombre d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
Colonne 1	2	7,31	3,654	0
Colonne 2	2	5,897	2,948	0,321
Colonne 3	2	8,876	4,438	0,056
Colonne 4	2	4,187	2,093	0,001

Tableau 5-26. Analyse de la variance des lignes avec un seul facteur

Source des variations	F	Probabilité	Valeur critique pour F
Entre colonnes avec Lignes 1-2	2,395	0,209	6,591
Entre colonnes avec Lignes 1-3	2,028	0,252	6,591
Entre colonnes avec Lignes 2-3	2,146	0,006	6,591

Pour étudier l'influence sur la force maximale, on a limité l'étude à l'échelle fil et tissu étant donné qu'en composite, on parle plutôt de contrainte. Les données obtenues sont résumées sur le **Tableau 5-27** et les résultats de l'étude de la variance à deux facteurs dans le **Tableau 5-28**. L'analyse de la variance des lignes montre une grande différence pour la ligne 1 en comparaison avec les autres ce qui est due à la dégradation de la résistance mécanique du matériau après le tissage en particulier dans la direction chaine. La source de variance entre groupes des lignes affiche une probabilité p de 0,27 (>0,05) donc il n'y a pas de différence significative entre les groupes. D'autre part, la variance au sein des colonnes est faible sauf à l'échelle tissu (colonne 3) ou l'effet de la direction est très prononcé. La probabilité p des colonnes est de 0,057 (>0,05) très proche de 0,05 mais ne nous permet pas de conclure non plus sur l'influence de l'échelle sur la force maximale.

Tableau 5-27. Répartition des échantillons pour l'étude statistique

	Force maximale (N) et (N/fil)		
Echelle	Fil Y2	Fil après tissage	Tissu
TI4-Ecru-CH	20,16	15,62	10,72
TI4-Ecru-TR	20,16	16,49	15,85
UD2-TR	20,16	17,30	17,69

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 5-28. Analyse de variance: deux facteurs sans répétition d'expérience

RAPPORT DÉTAILLÉ	Nombre d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
Ligne 1	3	46,504	15,501	22,286
Ligne 2	3	52,501	17,500	5,414
Ligne 3	3	55,158	18,386	2,401
Colonne 1	3	60,483	20,161	0
Colonne 2	3	49,417	16,472	0,707
Colonne 3	3	44,263	14,754	13,049

Source des variations	F	Probabilité	Valeur critique pour F
Lignes	1,818	0,274	6,944
Colonnes	6,354	0,057	6,944

Plus généralement, pour les différentes données analysées, les valeurs de la probabilité p sont comprises entre 0,057 et 0,72, elles restent supérieures à 0,05 ce qui signifie qu'aucun écart important par rapport à la normalité n'est constaté pour la répartition des propriétés mécaniques et les différentes échelles de fabrication.

5.3 Conclusions

Ce chapitre s'inscrit sur une approche multi-échelle des renforts étudiés dans les chapitres précédents. En effet, différents opérations, interactions et traitements entrent en jeu afin d'assembler et constituer le renfort et le composites à partir des fibres de lin. Tous ses changements vont déterminer les propriétés mécaniques des matériaux. D'où l'importance de ce travail.

Dans un premier temps, le suivi inter-échelle est examiné à partir de l'évolution des tendances des courbes en termes de pente, déformation et force/contrainte à différentes échelles. Nos résultats montrent que les propriétés en traction du composite et du tissu semblent suivre la même évolution que le fil après tissage, à l'inverse du fil pris avant tissage et ceci est vrai pour les différents types de fils. Ce constat met en évidence l'effet irréversible et dégradant du tissage sur les propriétés mécaniques des fils. En outre, l'influence du traitement ainsi que de la direction de tissage ressortent à travers l'étude des courbes avec des déformations très élevées et une pente affaiblie ou à l'inverse des déformations plus faibles et une importante rigidité. A l'échelle trame, on garde approximativement les mêmes tendances en revanche ces dernières s'inversement complètement dans la direction chaine à partir de l'échelle tissu. L'évolution du fil dans la structure peut fortement influencer les propriétés mécaniques de cette dernière en dépit des caractéristiques propres du fil.

Ensuite, la variabilité au sein du même lot d'échantillons est étudiée à l'aide de paramètres statistiques tels que le CV% et la LPE 95%. Ce travail permet d'améliorer la connaissance de l'influence de la variabilité des fils de lin à chaque échelle, du fil au composite final. L'étude multi-échelle prouve statistiquement que la grande variabilité des propriétés mécaniques à l'échelle fil diminue significativement à l'échelle tissu et à l'échelle composite avec des moyennes de CV% de 2,9%, 3% et 2% pour les forces maximales

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

respectives des quasi-UD, des tissus en chaine et des tissus en trame. La variabilité des composites est faible et équivalente à celles en fibres synthétiques. Tous ces résultats permettent de confirmer le potentiel des composites renforcés par les fibres de lin en terme de variabilité. De surcroît, la grande dispersion observée à l'échelle fil peut être attribuée non seulement à la variation des caractéristiques des fibres de lin mais aussi à la différence des variétés étant donné que les fournisseurs n'utilisent pas nécessairement les mêmes qualités de fibre mais un mélange des variétés selon les qualités ce qui peut avoir un effet non négligeable sur les propriétés mécaniques.

Enfin, la variabilité entre les lots de matière est analysée à l'aide d'une approche multi-échelle où l'influence sur les propriétés mécaniques de paramètres clés tels que le tissage, le fil d'entrée et le traitement est quantifiée. Pour cette étude, une première analyse statistique inférentielle est utilisée afin de traiter de la différence de variance significative. Les résultats montrent que les composites à renforts tissus ou quasi-UD non traités sont statistiquement plus proches en terme de déformation que ceux à tissus traités. Nos calculs actuels ne nous permettent pas de définir avec précision l'influence de chaque variable sur les différents groupes. Ceci peut être expliqué par la difficulté d'isoler et de dissocier les variables entre elles vu qu'elles évoluent généralement d'une manière dépendante. Aussi, une étude quantitative inter-échelle est compliquée à réaliser étant donné que les matériaux étudiés n'appartiennent pas tous au même groupe (fil, tissu et composite) donc d'autres paramètres propres à chaque échelle peuvent intervenir.

Un autre facteur à prendre en compte est le manque de maîtrise du procédé de fabrication. En effet, les fils et les renforts sont fournis directement par les partenaires et ils sont issus d'une production conventionnelle à échelle industrielle. Les données propres à la méthode et aux réglages de la chaîne de fabrication sont plus compliquées à prendre en compte. Nous avons conservé la traçabilité des produits en termes de « qualité de matière » mais les aléas de fabrication, souvent non documentés, peuvent également influencer les propriétés du matériau.

En perspective, associé à notre plan d'expérience, un modèle à base de l'étude statistique pourrait être développé afin de prédire le comportement du matériau. En effet, nous disposons de tableaux des propriétés mécaniques (force/ contrainte et déformation) desquels nous devons extraire les informations intéressantes telle que prouver l'existence ou non de paramètres influents ou leur degré d'influence sur les mesures. Une étude supplémentaire peut être réalisée afin de traiter les données à l'aide des méthodes statistiques descriptives. Ces méthodes permettent d'analyser, selon le nombre de facteurs influents, les composantes principales et extraire ainsi les degrés d'influence. Parmi ces études, on peut citer l'analyse des composantes principales, appelé aussi A.C.P, qui est une méthode statistique descriptive multidimensionnelle permettant de traiter simultanément un nombre quelconque de variables quantitatives. Elle permet aussi de déterminer le degré d'influence de chaque paramètre. Cette étude peut être complétée par un algortithme de reconnaissance. Cet algorithme permettra de reconnaître avec un paramètre donné (par exemple la déformation en traction) l'échelle testé ou le type de matière testé. L'objectif de cette méthode est d'avoir le maximum d'informations pour prédire le comportement grâce à des classeurs logiques. Le programme nous permet de voir si les échantillons testées peuvent être reconnaissables c'est-à-dire classées logiquement et si oui de les reconnaîtres dans ses classeurs. On peut trouver dans la **Figure 5-8** un exemple de plan de marche pour la programmation de l'algorithme de reconnaissance pour le fil Y2 permettant de définir l'influence de la direction de tissage et du traitement sur les propriétés mécaniques.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

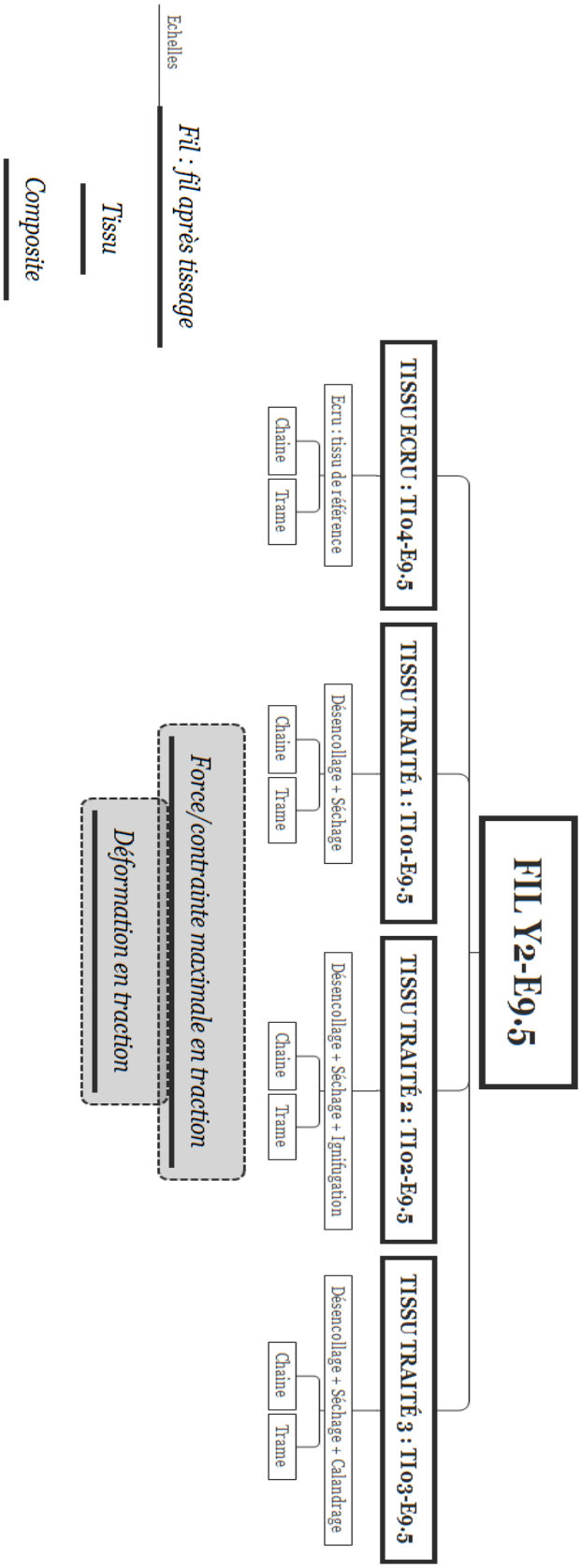


Figure 5-8 : Exemple de plan de marche

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Références

[1] E.H. Livingston. « Who was student and why we care so much about t-test ?». Journal of surgical research, Vol.118, pp.58-65, 2004

[2] N. Martin. « Contribution à l'étude de paramètres influençant les propriétés mécaniques de fibres élémentaires de lin : Corrélation avec les propriétés de matériaux composites». Thèse, Matériaux. Université de Bretagne Sud, 2014. <NNT : 2014LORIS355>

© 2017 Tous droits réservés.

6 CARACTERISATION MECANIQUE DES RENFORTS NON TISSES

Cette étude se focalise sur l'étude expérimentale du comportement mécanique des renforts non tissés en fibres de lin en particulier à l'échelle du renfort sec. L'influence des paramètres d'élaboration et de la masse surfacique sur le comportement mécanique est étudiée. Pour ce faire, des caractérisations en traction, en flexion, en emboutissage sont réalisées. Egalement, une caractérisation métrologique est effectuée afin de mesurer les propriétés physiques propres de la gamme de non tissé.

6.1 Etat de l'art : Les renforts Non Tissés

Les non tissés sont une génération de matériaux issus de l'industrie textile, du papier et du plastique, créés afin d'adapter les renforts aux demandes industrielles en termes de propriétés, de procédés de fabrication et de nouvelles matières premières. En effet, ce marché a émergé dans les années 60 avec l'apparition des fibres synthétiques et polymères [1]. Actuellement, l'utilisation des non tissés est très courante dans le marché du textile en particulier pour des applications dans l'hygiène à 30,9%, dans la fabrication des lingettes à 12,8%, dans la construction à 9,2%, dans l'automobile à 6,1% et en dernière place dans la filtration à 3,7 % selon les chiffres de 2015. Pour le marché européen, la production totale de non tissés (**Figure 6-1**) connait une croissance en volume arrivant à 3,6% ce qui est équivalent à 2,3 M tonnes dont une production française d'environ 181 mille tonnes en 2015 [2].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

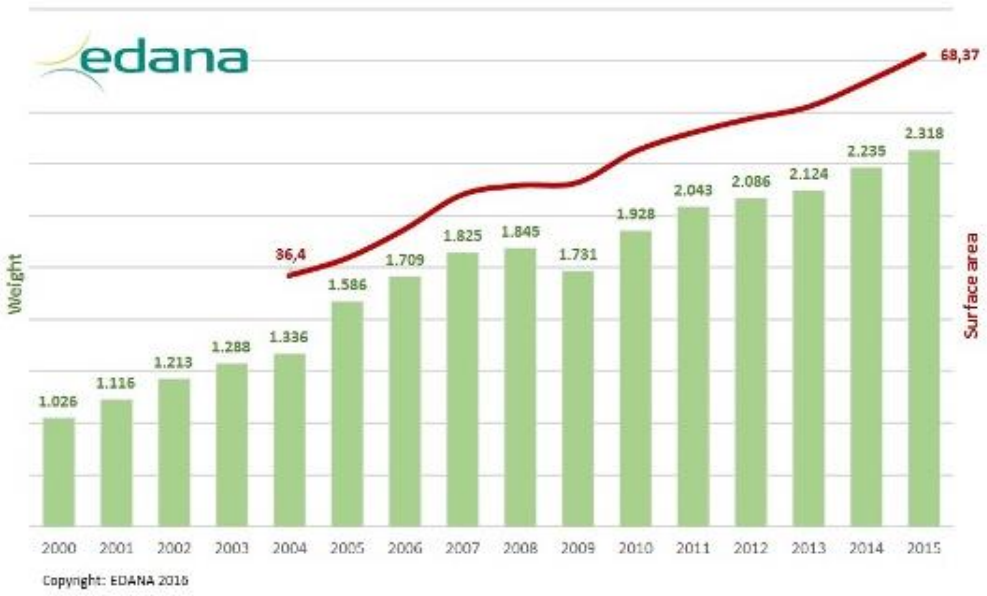


Figure 6-1: Production de non tissés en Europe pour l'année 2015 (en milliers de tonnes) [2]

Il existe plusieurs définitions des matériaux non tissés : La norme ISO 9092 [3] les définit comme « une structure textile réalisée par collage ou par emboîtement des fibres, ou les deux, réalisée au moyen d'outils mécanique, chimique, thermique ou des solvants » et l'INDA (North American Association of the Nonwoven Fabrics Industry) comme « des feuilles ou des structures collées ensemble en enchevêtrant des fibres ou filaments et en perforant le film mécaniquement, thermiquement ou chimiquement. Ce sont des feuilles plates et poreuses qui sont faites directement à partir de fibres séparées ou de plastique fondu ou d'un film plastique. Ils ne sont pas fabriqués par tissage ou tricotage et ne nécessitent pas de convertir les fibres en fil » [4].

6.1.1 Technologie des non tissés

La fabrication du non tissé nécessite trois étapes. La première étape consiste en la formation d'un voile à partir de balles de fibres coupées, de filaments ou de granulés de polymères. Elle peut être réalisée par plusieurs procédés : voie sèche, voie aérodynamique, voie fondue et voie humide. En termes de volumes de production, la voie fondue et la voie sèche sont des méthodes largement dominantes dans le marché des non tissés. Ensuite, une étape de consolidation de la nappe est nécessaire afin de donner une certaine cohésion et résistance à la structure fibreuse, cette étape est absente dans le procédé par voie fondue. Elle peut être effectuée par des moyens mécaniques (aiguilletage, jet de fluide), chimiques (imprégnation, pulvérisation, enduction), thermiques (fusion) ou par combinaison de ces moyens [5,6]. La dernière étape est l'étape de finition qui permet d'apporter une ou plusieurs propriétés au non tissé. Par la suite, une étape d'impression ou de gaufrage peut être réalisée pour un effet décoratif ou fonctionnel. En outre, des propriétés telles que l'absorption du non tissé, l'ignifugation, la micro-encapsulation peuvent être améliorer par traitment ou enduction sur le non tissé.

Pour la première étape de formation du voile, différentes technologies existent dans l'industrie textile et papetière qui sont [1,7] :

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- La voie sèche (Drylaid)

La formation du voile par voie sèche est issue de la chaîne de filature classique où les mêmes machines de base sont employées (voir **Figure 6-2**). La première étape consiste à amener des balles de fibres sur un tapis roulant afin de former une nappe en entrée de la carde. Cette matière est ensuite cardée, ce qui consiste en un procédé mécanique permettant de nettoyer et paralléliser les fibres afin de les transformer en voile. Cette transformation est possible grâce à différents passages par le cylindre alimentaire, les cylindres travailleurs et dépouilleurs et plusieurs tambours hérissés de dents qui peignent les fibres (voir **Figure 6-3**). Cette opération peut être suivie par une étape de nappage par le biais d'une nappeuse qui permet d'étaler plusieurs couches de voile pour préparer à la consolidation. L'avantage de cette méthode est que la ligne de carde facilite l'utilisation des fibres relativement longues. Selon la configuration de la carde, les fibres peuvent être orientées dans la longueur du voile ou disposées aléatoirement.

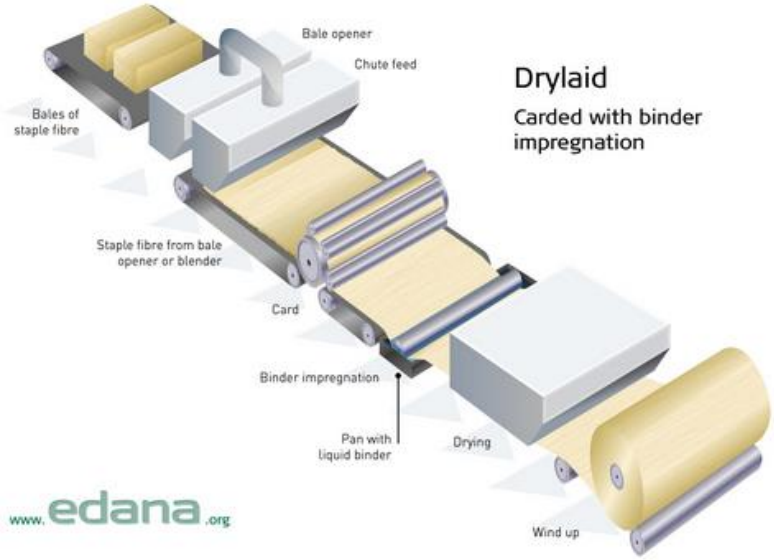


Figure 6-2: Schéma de procédé par voie sèche (Drylaid) [8]

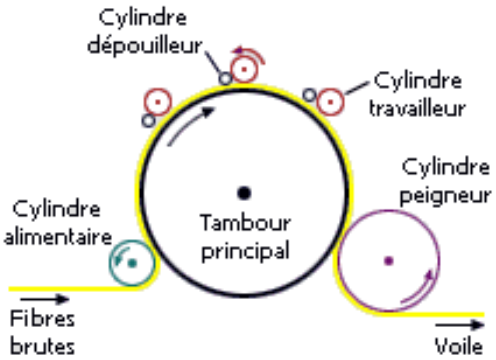


Figure 6-3: Schéma d'une carde [9]

- La voie aérodynamique (Airlaid)

Comme présenté à la **Figure 6-4**, pour le procédé Airlaid, les fibres sont dispersées sur un tapis convoyeur dans un flux d'air afin de les transporter et les projeter aléatoirement sur un tapis de formation équipé d'un système d'aspiration par des tambours rotatifs perforés. Ces fibres forment alors un voile qui possède une plus faible densité que celui à la sortie de

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

la carde. La voie aérodynamique permet d'utiliser différents types de fibres, qui peuvent être très courtes et mélangées ou non. Cette technique permet de produire une nappe totalement isotrope [11].

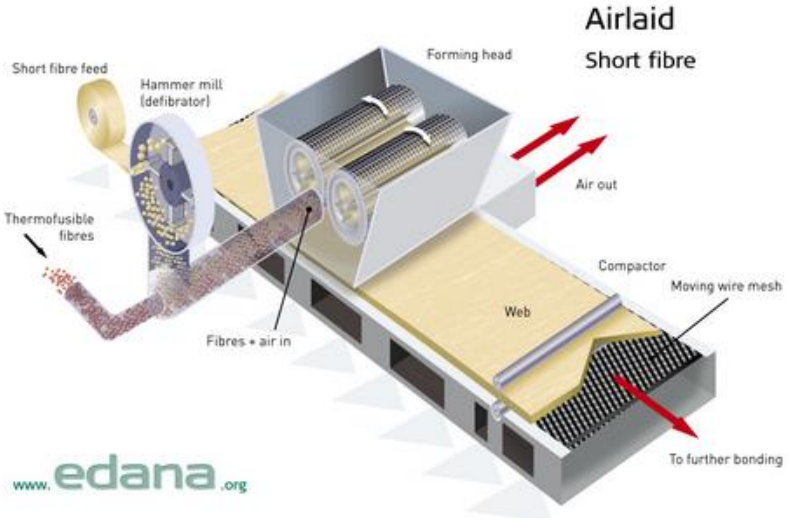


Figure 6-4: Schéma de procédé par voie aérodynamique (Airlaid) [8]

- La voie humide (Wetlaid)

Le procédé humide est similaire au procédé papier. Il consiste à utiliser un mélange de fibres avec une grande quantité d'eau constituant une pâte (0,1 à 0,25 g/l) [7]. Cette pâte est ensuite transportée sur un tapis roulant où le voile est formé par aspiration d'eau jusqu'à ce qu'il soit asséché. Par la suite, ce voile est consolidé à l'aide de cylindres compresseurs (**Figure 6-5**). Cette technologie est fréquemment utilisée dans le domaine de la filtration. En effet, elle permet de contrôler l'orientation des fibres afin d'obtenir des matériaux isotropes [10], homogènes et bien compact avec des masses surfaciques entre 50 et 2500 g.m^{-2} [11].

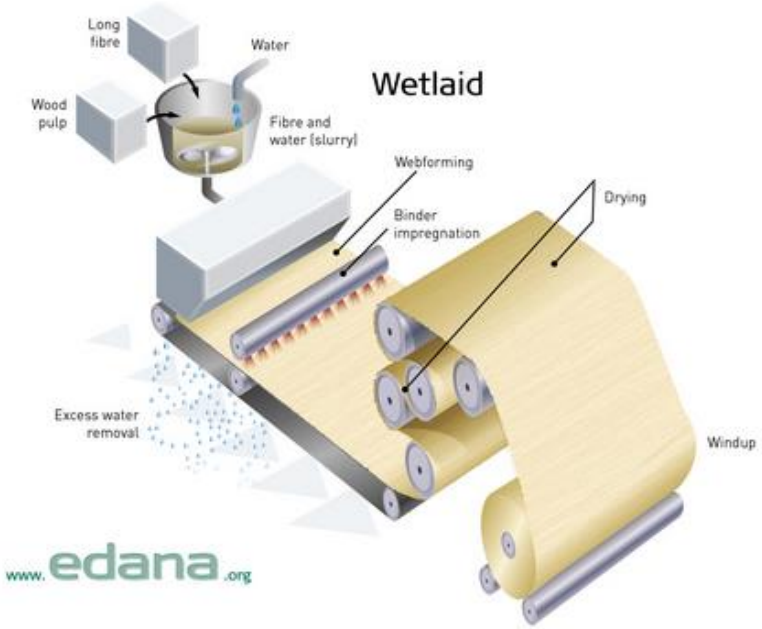


Figure 6-5: Schéma de procédé par voie humide (Wetlaid) [8]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- La voie fondue (Spunlaid)

Ce procédé de fabrication est utilisé pour les fibres de polymère filables (polyamide, polypropylène etc.) à l'état fondu. Il consiste à extruder et fondre le polymère sous forme de granulés à travers des filières afin de former une nappe de filaments. A la sortie, ces filaments sont refroidis et déposés sur un tapis transporteur. On peut distinguer deux méthodes possibles : le spunbond ou le meltblown. La première se décompose en une étape d'extrusion et de filage par un étirage de filaments et une étape de consolidation par refroidissement (voir **Figure 6-6**). La deuxième méthode est le meltblown qui combine l'extrusion par un jet d'air à haut débit. Dans ce cas, le polymère subit un courant d'air chaud qui va disperser les filaments avant de le solidifier pour former un voile de fil continu. Par voie fondue, on peut obtenir des masses surfaciques de 15 à 400 g.m^{-2} [11].

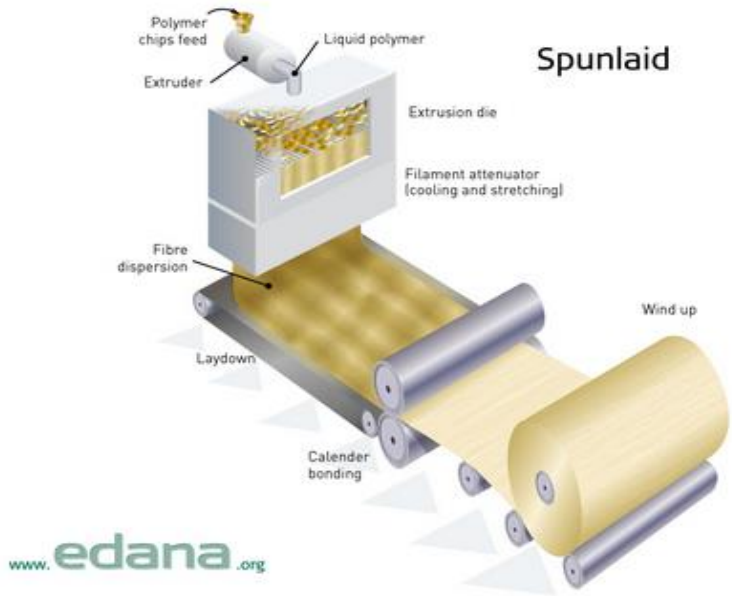


Figure 6-6 : Schéma du procédé par voie fondue (SpunLaid) [8]

Pour la deuxième étape de consolidation, on retrouve trois principaux moyens:

- *Mécanique :*

La consolidation mécanique se fait par un enchevêtrement mécanique des fibres formant la nappe. Cet enchevêtrement assure la cohésion et le liage de la structure grâce à la friction inter-fibres. Deux procédés de liage mécanique existent : l'aiguilletage et l'hydroliage. La technique d'aiguilletage est fréquemment utilisée pour les non tissés à applications techniques. L'aiguilletage est assuré par une aiguilleteuse munie de plusieurs aiguilles à crochets, pouvant être placées sur une ou deux faces, et disposées verticalement par rapport à la nappe de fibres (voir **Figure 6-7**). Les aiguilles pénètrent la nappe fibreuse en entrée, entraînent et traversent les fibres à la descente ce qui permet d'enchevêtrer les fibres et leur donner une certaine cohésion, comme présenté sur la **Figure 6-8**. L'aiguilletage permet d'obtenir des non tissés de 100 à 4000 g.m^{-2} de masse surfacique [11]. La qualité de l'aiguilletage est contrôlée par la densité d'aiguilletage, exprimée en coups.cm^{-2} et la profondeur de pénétration des aiguilles [12]. Cette sollicitation mécanique modifie les propriétés des fibres et de la structure du non tissé lui-même. Pour cette raison, plusieurs études ont été réalisées pour examiner l'effet de l'aiguilletage à l'échelle fibre et renfort. Miao et al. [13] ont démontré que la profondeur de pénétration de l'aiguille a un effet plus important sur l'endommagement des fibres par rapport à la densité d'aiguilletage. Mais si

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

ces deux paramètres dépassent une valeur critique, une nette diminution des propriétés mécaniques du non tissé est observée par la rupture des fibres [12-16]. A l'échelle du renfort, Ghosh et al. [17] ont montré que l'augmentation de ces deux paramètres entraine l'amélioration de la résistance du non tissé mais également la baisse de sa déformabilité. De même, Das et al. [18] ont mis en évidence qu'une densité d'aiguilletage élevée entraine une augmentation de la densité du non tissé avec l'amélioration de résistance mécanique en traction abrasion, au choc et à la rupture. Cependant, ils ont remarqué la forte apparition du phénomène d'endommagement voire la rupture des fibres. Egalement, les non tissés aiguilletés sont performants en épaisseur ce qui aide à réduire les problèmes de délamination [19].

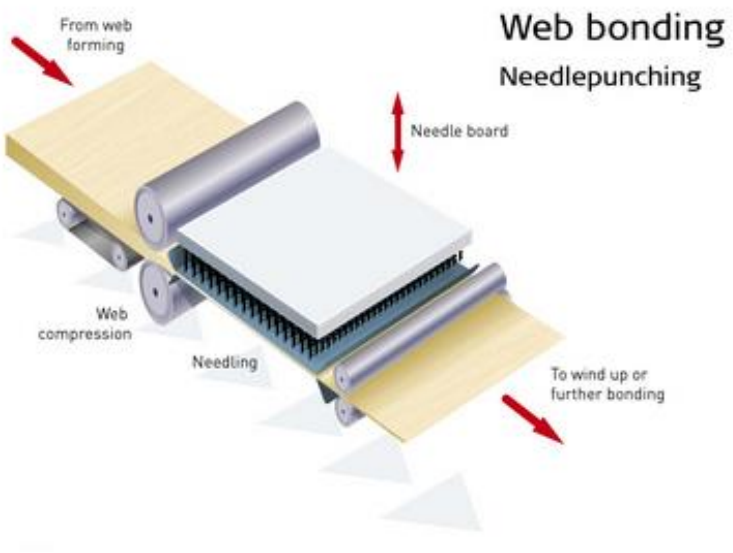


Figure 6-7: Schéma du Principe d'aiguilletage [20]

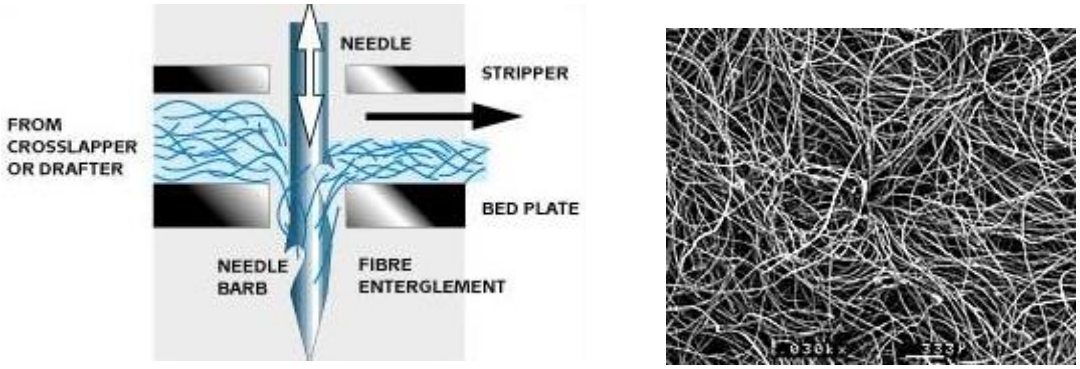


Figure 6-8: Aiguilletage d'un non tissé
Principe d'aiguilletage [21] *(à gauche)* et image MEB de la surface d'un non tissé en viscose consolidé par aiguilletage mécanique [22] *(à droite)*

Une deuxième technique mécanique est l'aiguilletage hydraulique ou l'hydroliage. Comme présenté dans la **Figure 6-9**, le voile de fibres est compacté entre une grille et des bandes de compression et passe sur des cylindres perforés en dépression afin d'éliminer l'excès d'eau. Les fibres sont enchevêtrées par des jets d'eau fins à très haute pression, de 150 à 250 bars (voir **Figure 6-10**) [22]. Les jets d'eau sont envoyés sur la face endroit puis sur la face envers du voile des fibres. Les non tissés hydrauliquement consolidés possèdent un aspect doux, déformable et très résistant mécaniquement mais présentent une forte anisotropie [23].

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

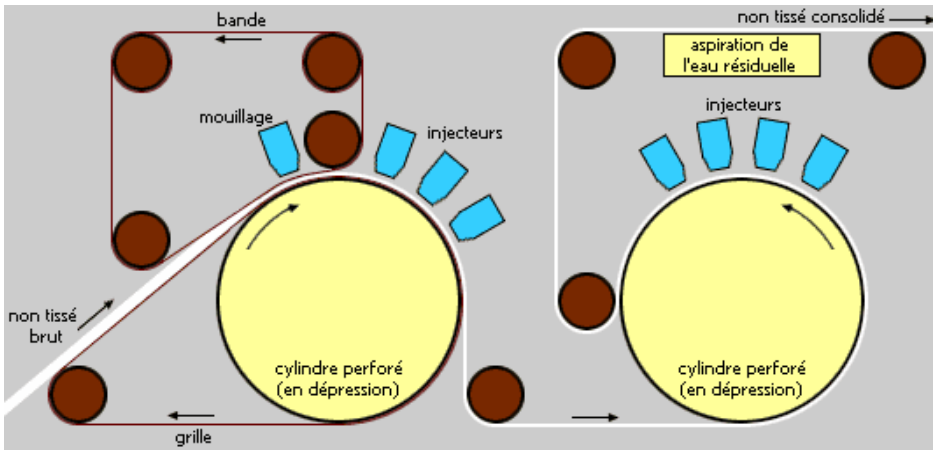


Figure 6-9: Schéma du Principe de la consolidation hydraulique [22]

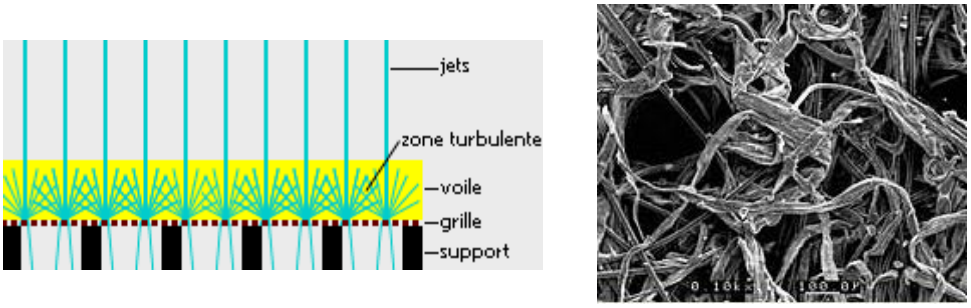


Figure 6-10: Hydroliage d'un non tissé
Principe de la consolidation hydraulique *(à gauche)* et image MEB de la surface d'un non tissé en cellulose obtenu par voie humide et consolidé par aiguilletage hydraulique *(à droite)* [22]

- *Chimique :*

Cette méthode consiste en l'application d'un agent liant à l'état liquide au voile de fibres (voir **Figure 6-11**). Cet agent liant est généralement utilisé de manière liquide mais il peut être sous forme d'adhésifs en poudre, de mousses ou de solvants organiques. L'application du liant peut être réalisée par pulvérisation à travers des buses, par un bain d'imprégnation ou par enduction. Avec l'imprégnation par bain le non tissé obtenu est peu poreux avec une colle uniformément répartie mais en utilisant la pulvérisation, la répartition de la colle est moins uniforme ce qui entraîne un non tissé poreux (voir **Figure 6-12**) [22]. Ensuite, une dernière étape de séchage est nécessaire pour compléter la consolidation. Dans le cas de poudre, l'adhésif est mélangé à la nappe de fibres puis fondu.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

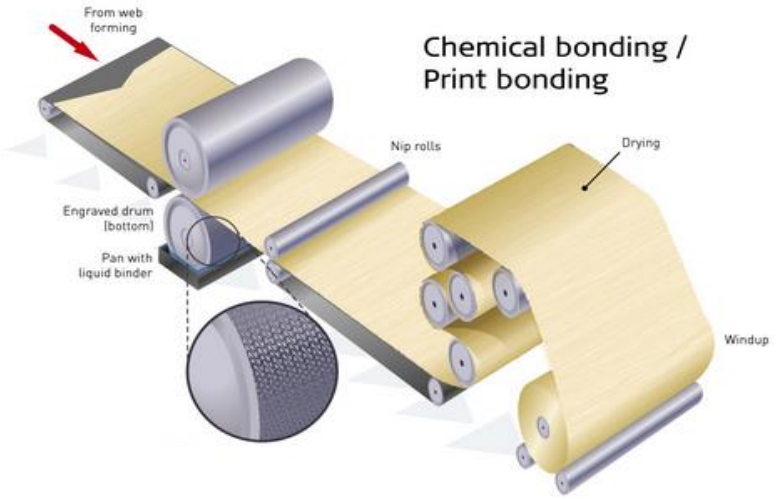


Figure 6-11: Schéma du principe de la consolidation chimique [20]

Figure 6-12: Image MEB de la surface d'un non tissé en cellulose obtenu par voie sèche et pulvérisation [22]

- *Thermique :*

Le liage thermique met à profit les propriétés thermoplastiques des fibres synthétiques, qui ont la capacité de créer une adhésion dans des conditions de température adaptées, pour assurer la cohésion du voile par échauffement. La consolidation consiste à chauffer le voile de fibres pour créer cette adhésion (**Figure 6-13**). Dans le cas où la thermo-fixation n'est pas effectuée directement sur la fibre constituante, il est commun d'utiliser une fibre possédant une température de fusion inférieure et de l'introduire dès la constitution du voile ou d'utiliser une fibre bi-composante. La chaleur nécessaire au thermo-liage peut être apportée par un four à air chaud au flux contrôlé, dans le cas d'un voile nécessitant un point de fusion peu élevé, voir par calandrage qui permet par l'ajout de pression afin d'obtenir des produits moins volumineux.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

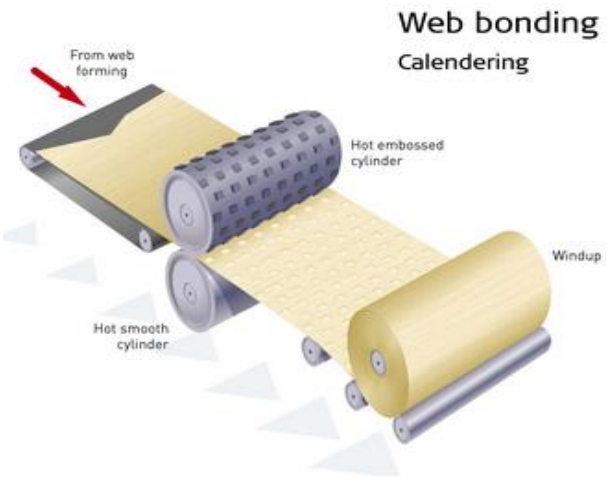


Figure 6-13: Schéma du principe de la consolidation thermique [20]

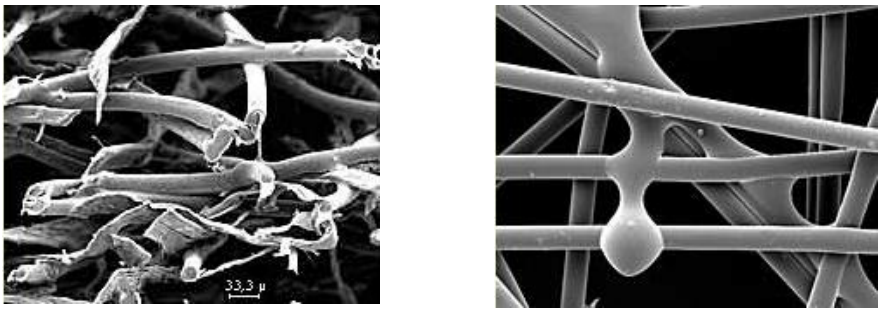


Figure 6-14: Image MEB de la surface d'un non tissé en cellulose obtenu par voie sèche et consolidé thermiquement *(à gauche)* et par thermofusion *(à droite)* [22]

6.1.2 Caractéristiques des non tissés

Les non tissés ont été utilisés comme une alternative à faible coût aux produits classiques étant donné que les étapes de fabrication ainsi que la préparation de la matière sont largement réduites. Néanmoins, ils se sont imposés récemment comme des matériaux innovants offrant des propriétés spécifiques pour diverses applications. En dépit d'une résistance mécanique plus faible, les composites en renfort non tissé devancent les autres en terme du rapport qualité/prix, en prenant en compte les coûts de fabrication [24]. De plus, la cohésion des non tissés, contrairement aux structures tissées, ne dépend pas de l'entrelacement des fils mais de l'enchevêtrement des fibres entre elles. Pour cette raison, ils possèdent des caractéristiques propres telles qu'une orientation spécifique des fibres, une souplesse et une déformabilité de la structure. Le non tissé est également un matériau poreux et volumineux ce qui lui permet d'avoir de meilleures propriétés en absorption et filtration [5]. Le procédé de fabrication du non tissé est également intéressant puisque c'est un procédé en continu où la matière d'entrée, sous forme de bourre, passe directement au produit final, permettant ainsi de réduire les coûts de production et les pertes [25,26].

Dans l'industrie du transport, les non tissés sont actuellement utilisés en raison de leur légèreté, leur très bonne isolation acoustique, leur flexibilité, leur déformabilité, leur méthode de fabrication réduite et un rapport qualité/ prix très attrayant [27,28]. Ces matériaux non tissés peuvent être utilisés comme des isolants thermiques et acoustiques dans les pièces automobiles [29] mais également dans la structure du filtre à air cabine et revêtements des sièges jusqu'aux tapis, coffre et pavillon [11]. Ainsi, les non tissés

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

disposent de propriétés intéressantes pour des produits de revêtement grâce à la facilité de manipulation, de drapabilité suivant une forme particulière et leur haute déformabilité [30-32]. Un exemple de matériau à haute performance, un composite non tissé multi-couche, a été développé pour remplacer des tissus dans les tenues de combat [33,34] pour ses bonnes performances mécaniques, sa haute résistance à la déchirure, sa durabilité, son confort au porté, sa très bonne absorption de l'eau et sa bonne porosité. En s'associant avec des fibres naturelles, les non tissés offrent d'autres propriétés comme la biodégradabilité, plus de légèreté à l'exemple de l'emploi des fibres de lin dans l'industrie du transport et mais également de nouvelles générations d'applications telles que les lingettes biodégradables [35].

La majorité des travaux analysent le comportement mécanique en traction des non tissés à l'échelle composite, les études à l'échelle du renfort sec sont plus rares [36]. Parmi ces études, une analyse expérimentale conduit par Farukh et al. [36,37] montre que le non tissé présente une déformation significative en traction de l'ordre de 50%. Il a aussi constaté que la forte anisotropie des caractéristiques mécaniques est due à la répartition non uniforme de l'orientation des fibres au sein de la structure. Par conséquent, la grande déformabilité des non tissés est le résultat des larges capacités en déformation en traction. Cette propriété est très intéressante pour la déformabilité du matériau durant la fabrication du composite.

6.1.3 Les renforts en fibres naturelles

Pour les matériaux non tissés, les fibres synthétiques telles que le polypropylène et le polyester sont largement dominantes en volume de production de non tissés. Le polypropylène représente 60% des fibres utilisées suivi par le polyester. Dans le but de réduire l'impact environnemental avec des produits biodégradables, l'intégration des fibres naturelles dans le marché des non tissés composites connaît un grand essor depuis ces dernières années. Les fibres naturelles utilisées comprennent le coton à 8%, le jute, le kénaf et le lin et en moindre quantités, le chanvre, le sisal et le bois [38]. De plus, les différentes technologies de fabrication des non tissés permettent d'avoir une variété de choix pour le type, la gamme et longueur des fibres. Pour cette raison, on retrouve aussi des mélanges de nature différentes comme le mélange lin/polypropylène couramment utilisé dans le domaine du composite. Ces matériaux biodégradables occupent des marchés résidentiels et industriels tels que le médical, les produits de filtration et l'industrie automobile. On peut en trouver aussi dans des produits d'agriculture et de géotextile [4].

Pour les applications automobiles, l'emploi de non tissés est très fréquent. Dans une voiture, le nombre de pièces fabriquées avec un renfort non tissé, sous forme sèche ou rigide, s'élève à 40 dont les intérieurs de coffres, les tapis, les filtres d'air et de carburant [39]. La structure non tissé aide à rendre les voitures plus rentables et plus solides en réduisant leur poids, offrant une résistance au feu et à l'abrasion et une déformabilité intéressante. Combinés avec les fibres de lin, les non tissés procurent les performances mécaniques et une aborption acoustique très intéressante pour l'industire automobile surtout pour la fabrication des mièces d'intérieur [27,40]. En revanche, les fabricants sont rares en termes de marché de non tissé en fibres végétales pour des applications automobiles.

Martin et al. [41] ont étudié les comportement de trois renforts non tissés en fibres de lin fabriqués par aiguilletage, jet d'air et voie papetière (voie humide). Les non tissés sont testés à l'échelle composite, consolidés avec une résine de polypropylène. Pour tous ces renforts, une anisotropie est observée dans le plan. Ils ont également montré que la procédure de fabrication a un impact sur les propriétés mécaniques du composite : à un

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

taux de fibres égal, la voie papetière offre les meilleures performances et en la comparant avec une fabrication par voie humide et par aiguilletage, une diminution de 12% du module d'élasticité est observée.

6.2 La gamme de renfort utilisée

Dans cette étude, nous nous intéressons à une gamme de non tissés 100 % lin réalisée par la société ECOTECHNILIN [42] où les masses surfaciques et les paramètres de fabrication diffèrent selon le lot. Des fibres de type étoupe ont été utilisées dans la composition des non tissés, dont les caractéristiques sont présentées dans le **Tableau 6-1**. Le procédé de fabrication est en ligne continue comme présenté sur la **Figure 6-15**, elle consiste en une étape de cardage, de nappage et d'aiguilletage par voie sèche [43]. En entrée de la ligne, les fibres sont conditionnées sous forme de bourres de longueur moyenne 10 cm. Ensuite, les fibres sont consolidées par cardage pour former un voile régulier et résistant (**Figure 6-3**). Afin d'avoir des grammages conformes au besoin industriel (de 300 à 2400 $g.m^{-2}$ [43]), les voiles sont superposés les uns aux autres selon une direction préférentielle pour former une nappe épaisse (voir **Figure 6-16**). La consolidation est ensuite réalisée par aiguilletage qui consiste à faire pénétrer des aiguilles barbelées dans les nappes cardées afin d'enchevêtrer les fibres mécaniquement. Les non tissés ECOTECHNILIN ne contiennent aucun liants chimiques.

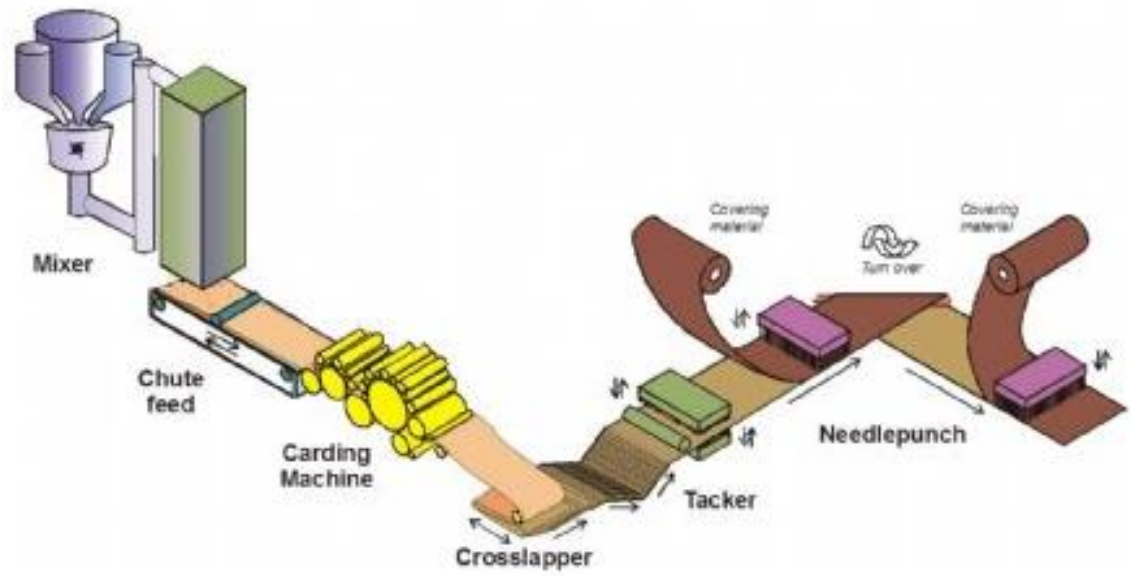


Figure 6-15: Présentation du procédé de fabrication du non tissé ECOTECHNILIN [43]

Figure 6-16: Opération de nappage des couches de voile de lin [43]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Pour cette gamme de produits, l'origine des fibres et les aiguilles utilisées lors de la mise en œuvre sont identiques. Un exemple de non tissé de 300 g.m^{-2} est montré sur la **Figure 6-17**. Les différentes caractéristiques des non tissés sont détaillées dans le **Tableau 6-2**. L'écart-type de la masse surfacique donnée par le fabricant est important (±10%) en raison de la grande hétérogénéité de la matière. Les échantillons NT1-300 et NT2-450 diffèrent par leurs masses surfaciques respectives. L'échantillon NT3-300HD est fabriqué par un procédé de consolidation du NT1-300. Ce procédé se compose d'un calandrage à chaud afin d'augmenter la densité volumique du matériau. Pour le reste de la gamme, les noms de codes de références BFC et LTD indiquent des paramètres d'aiguilletage comme la pénétration et la densité d'aiguilletage. Ces paramètres d'aiguilletage sont bien supérieurs à ceux utilisés pour les non tissés NT1-300 et NT2-450.

L'orientation des fibres dans le non tissé peut être décrite par leur agencement directionnel, ce phénomène a un fort impact sur la résistance mécanique du textile [38]. En sortie de métier, le voile de fibres possède une orientation préférentielle qui peut être contrôlée en fonction des différents réglages et configurations du cardage [44,45] et du nappage [46,47]. Shah et al. [48] ont examiné l'effet du comportement anisotrope sur un composite Lin/PP et ont observé une réduction significative du module d'élasticité, de la résistance en traction et la déformation à la rupture en fonction des angles de sollicitation. Pour cette raison, la définition de l'orientation des fibres est très importante surtout pour qualifier l'anisotropie de la structure. Ainsi, les directions principales sont notées MD pour la direction machine et CD pour la direction transversale. Pour notre gamme, la direction transversale (CD) est la direction préférentielle de l'orientation des fibres.

En résumé, les paramètres à prendre en considération lors des essais de caractérisations textiles et mécaniques sont :

- Méthode de consolidation : le procédé d'aiguilletage est fixé
- Orientation spécifique des fibres : les tests de traction sont réalisés suivant les directions principales MD et CD
- Densité surfacique : la variation de la densité surfacique est étudiée selon le lot de non tissé
- Humidité : l'humidité à une forte influence sur les propriétés propres du non tissé par conséquent les tests sont effectués selon les conditions normatives contrôlées au laboratoire
- Paramètre d'aiguilletage : la densité d'aiguilletage, la forme d'aiguille utilisée, simple ou double face d'aiguilletage…

Figure 6-17: Un échantillon de non tissé à base de fibres de lin (300 g.m^{-2})

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Tableau 6-1. Caractéristiques des fibres de lin

Fibre de renforcement	Lin
Origine	France
Longueur moyenne des faisceaux (mm)	80
Densité	1,45
Couleur	Naturelle

Tableau 6-2. Gammes des non tissés

Renfort	Description	Méthode de production	Composition	Masse surfacique théorique ($g.m^{-2}$)
NT1-300	Aiguilleté	Cardage /Aiguilletage	100% Lin	300 ± 10%
NT2-450	Aiguilleté	Cardage /Aiguilletage	100% Lin	450 ± 10%
NT3-300HD	Aiguilleté à haute densité	Cardage /Aiguilletage	100% Lin	300 ± 10%
NT4-600BFC	Aiguilleté BFC	Cardage /Aiguilletage	100% Lin	600 ± 10%
NT5-600LTD	Aiguilleté LTD	Cardage /Aiguilletage	100% Lin	600 ± 10%
NT6-1000BFC	Aiguilleté BFC	Cardage /Aiguilletage	100% Lin	1000 ± 10%

6.3 Caractérisation expérimentale

6.3.1 Propriétés textiles classiques

La détermination des propriétés des non tissés est effectuée selon le même protocole que utilisé pour les tissus : une caractérisation métrologique basée sur la détermination de la perméabilité à l'air, de l'épaisseur et de la masse surfacique et une caractérisation mécanique avec des essais de traction uniaxiaux. La caractérisation a été faite suivant les normes et les équipements indiqués au **Tableau 6-3**. Etant donné leur caractère naturel, les renforts ont été conditionnés à une température de 20 ± 2°C et une humidité relative HR% de 65 ± 2% pendant au moins 48 h selon la norme ISO 139 [49].

En plus de la caractérisation en traction simple, des essais de flexion ont été réalisés. Le test utilisé permet d'évaluer la rigidité en flexion par la résistance au tombé du textile sous son poids propre. Cette rigidité est faible en raison des mouvements possibles entre les fibres mais elle peut influencer la déformabilité du renfort, en particulier avec les défauts d'emboutissage tels que le plissement et le flambage [50-52]. La raideur en flexion sèche est déterminée par le biais de dispositif appelé « KES » (**Figure 6-18**) [50]. Il s'agit d'un

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

support sur lequel le textile est déposé et qu'on glisse au fur et à mesure tout au long d'un plan incliné à 41,5°. L'essai s'arrête quand le textile touche le plan, la longueur de tombée est alors mesurée directement par une règle. Les valeurs des tests réalisés sont moyennées sur les deux extrémités et les deux faces de chaque échantillon. Ensuite, la rigidité en flexion est calculée en appliquant la relation suivante [53]:

$$G = M \times C^3 \qquad \text{(Equation 7)}$$

Avec
G : raideur en flexion en N.m
M : masse surfacique en $g.m^{-2}$
C : longueur de flexion en m

Figure 6-18: Dispositif de mesure de flexion sèche

Tableau 6-3. Tests de caractérisation renfort

Test	Norme	Equipement	Nb d'essais	Conditions de l'essai
Epaisseur	NF EN ISO 5084 [54]	Pied presseur Sodemat	5 essais	Pression : 1 kPa
Masse surfacique	NF EN 29073-1 [55]	Emporte-pièce	5 essais	Dim. éprouvette : 1 dm²
Perméabilité à l'air	NF EN ISO 9073-15 [56]	Textest	5 essais	Pression : 200 Pa Dim : 20 cm²
Traction uniaxiale	NF EN 29073-3 [57]	Banc de traction MTS	5 essais/ direction	Dim.éprouvette : 300*50 mm² Longeur entre les mors : 200mm Vitesse essai : 100 mm/mn
Flexion	NF EN ISO 9073-7[53]	Flexomètre	5 essais/ direction/ face	Dim. Éprouvette : 250*25 mm²
Mise en forme		Machine d'emboutissage	3 essais	Pression : 0,01 et 0,2 MPa

6.3.2 Propriétés mécaniques locales en traction uni-axiale: segmentation par zone

L'objectif de cette caractérisation est d'étudier l'évolution des différentes zones lors d'un essai de traction. Avec les tests de traction classique, nous avons remarqué que la

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

déformation du non tissé est différente d'un échantillon à un autre : il n'y a pas de rupture nette avec une séparation de la structure comme avec le tissu mais plutôt un dés-enchevêtrement des fibres jusqu'à l'apparition d'un point de faiblesse et enfin « la rupture ». Lors de l'essai de traction, l'échantillon ne se déforme pas uniformément, comme montré dans la **Figure 6-19** et comme décrit par Farukh et al. [36,37]. Les densités surfaciques locales varient en fonction des échantillons. Pour cette raison, en plus des quantités globales (effort, déformation) fournies par le banc, un protocole a été développé afin de pourvoir suivre et quantifier ces différentes variations au sein de l'échantillon tout au long de l'essai.

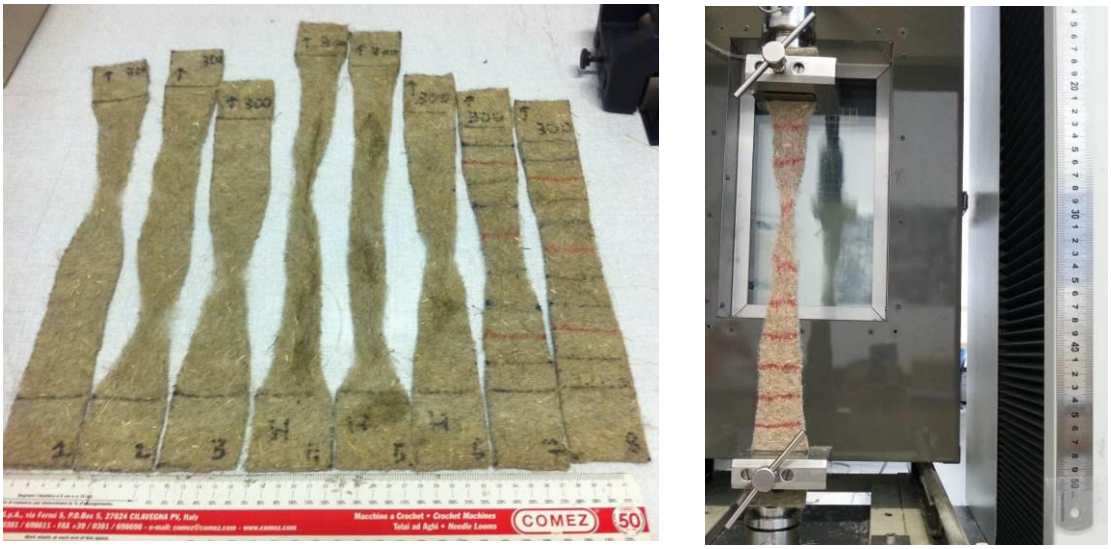


Figure 6-19: Exemple d'un essai de traction sur un non tissé

Dix zones locales sont ainsi définies pour analyser l'évolution des surfaces des échantillons au cours de l'essai de traction comme indiqué à la **Figure 6-20**: 5 zones en haut et 5 en bas symétriques par rapport au centre de l'échantillon. A l'état initial, chaque zone a la même surface. Ensuite, la variation de la surface est étudiée localement en fonction du déplacement à l'aide de prises photographiques et d'analyse sur le logiciel ImageJ. Tous les 10 mm de déplacement de l'échantillon par le banc de traction, une photo est prise permettant ainsi de mesurer la surface de chaque zone (**Figure 6-20**). La mesure est faite par délimitation de la zone sur le logiciel et un calcul de la surface réelle.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

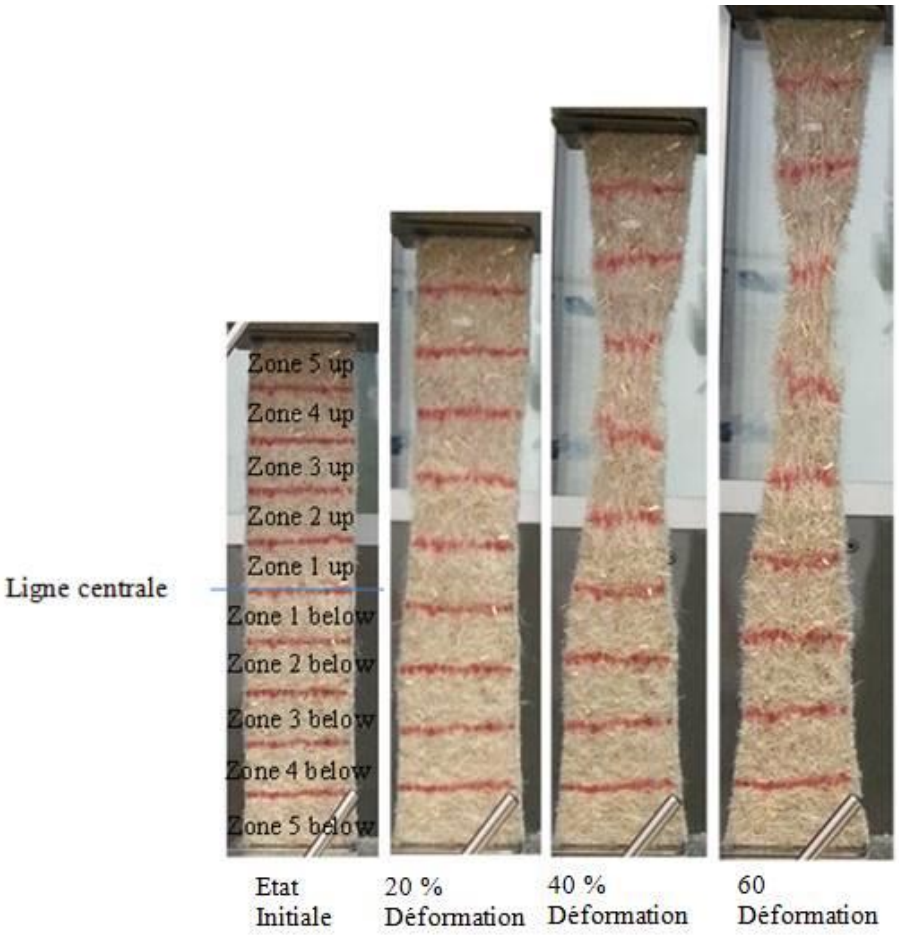


Figure 6-20: Traçage de zones pour le calcul de la variation des surfaces lors d'un test de traction non tissé : Exemple NT1-300

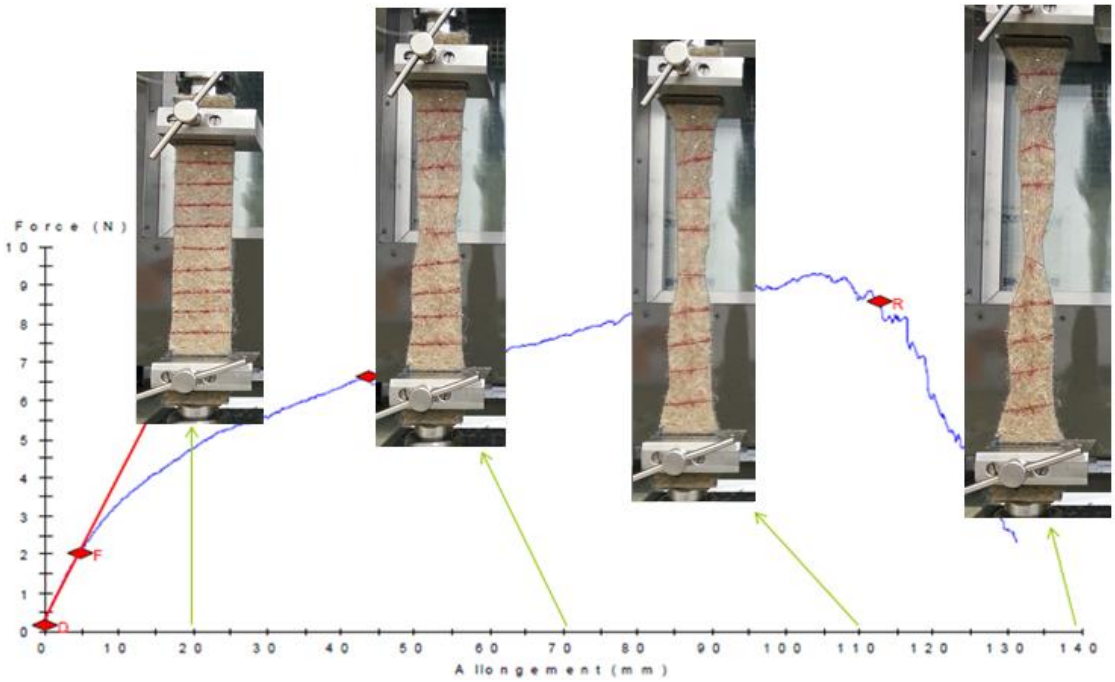


Figure 6-21: Exemple d'un test de traction simple pour un échantillon de NT1-300 dans la direction machine

© 2017 Tous droits réservés.

6.4 Résultats expérimentaux

6.4.1 Variation de la masse surfacique et épaisseur

L'étude expérimentale débute par les mesures de la masse surfacique, de l'épaisseur réelle et de la perméabilité de chaque renfort. Les valeurs moyennes sont données au **Tableau 6-4** avec les écarts-types et les évolutions de ces quantités dans les **Figure 6-22** et **Figure 6-23**. Les valeurs identifiées de la masse surfacique moyenne diffèrent d'environ 10% de celles données par le fournisseur (**Tableau 6-2**).

Le non tissé NT3-300HD présente une masse surfacique relativement équivalente à celle du NT1-300 mais son épaisseur diminue de 59% par rapport à cet échantillon. Par conséquent, la compression du non tissé conduit à une augmentation de 185% de la masse volumique du non tissé.

En prenant en compte l'écart-type moyen, la différence de masse surfacique est faible entre les non tissés NT4-600BFC et NT5-600LTD. En revanche, la différence d'épaisseur est plus importante avec l'aiguilletage LTD et de même pour son écart-type. Le paramètre d'aiguilletage a donc une influence sur les propriétés physiques du non tissé : en essayant de garder la même masse surfacique, l'aiguilletage BFC donne un produit plus compact en comparaison avec LTD.

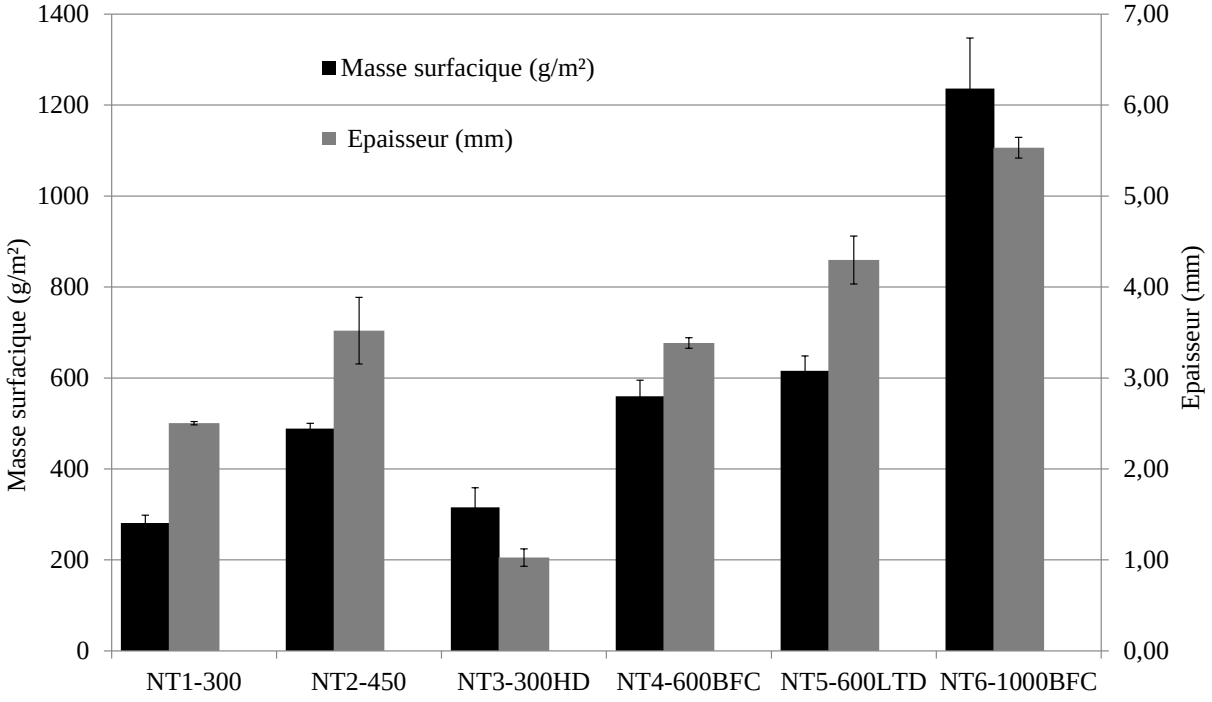


Figure 6-22: Variation de la masse surfacique et de l'épaisseur en fonction de la gamme de renforts

6.4.2 Variation de la perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air est mesurée à partir de la différence entre un flux d'air qui traverse l'échantillon et le vide. Elle est mesurée en l/m²/s. Les résultats sont détaillés sur le **Tableau 6-4** et la variation entre les différentes gammes est présentée sur la **Figure 6-23**.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Le non tissé NT3-300HD présente une perméabilité plus faible de 82% par rapport à celle du NT1-300. Ainsi, la haute densité du non tissé due à la compression réduit significativement sa perméabilité à l'air. Ces valeurs sont quasiment semblables entre NT4-600BFC et NT5-600LTD. L'évolution des non tissés NT4-600BFC et NT6-1000BFC montre que la variation de la masse surfacique a une forte influence sur la perméabilité à l'air de l'échantillon. En effet, l'augmentation conséquente de la masse surfacique rend le non tissé nettement moins perméable. L'évolution de la perméabilité à l'air est également inversement proportionnelle à celle de la masse volumique.

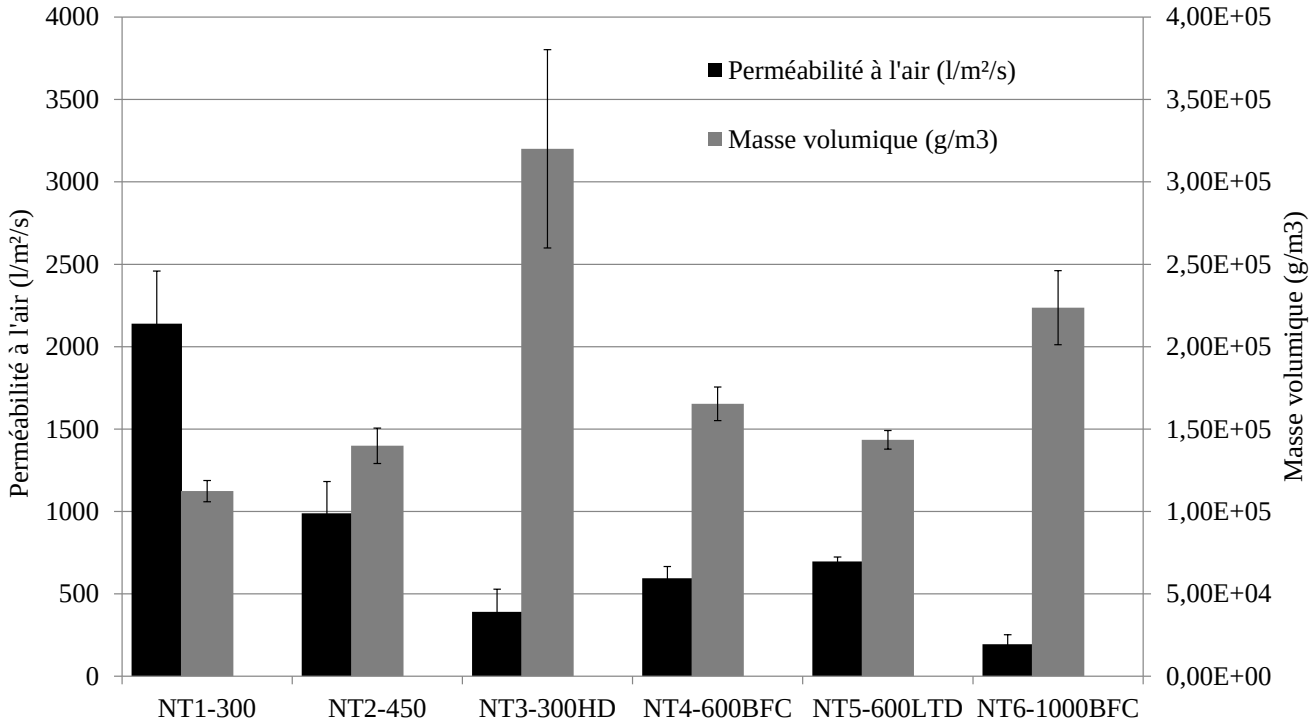


Figure 6-23: Variation de la perméabilité à l'air et de la masse volumique en fonction de la gamme de renforts

Tableau 6-4. Caractéristiques des renforts testés

Renfort	Masse surfacique ($g.m^{-2}$)	Epaisseur (mm)	Masse volumique ($g.m^{-3}$) × 10^3	Perméabilité à l'air ($L/m^2/s$)
NT1-300	281 ± 17	2,50 ± 0,02	112,3 ± 6,4	2139 ± 320
NT2-450	489 ± 11	3,52 ± 0,37	139,8 ± 10,8	989 ± 192
NT3-300HD	316 ± 43	1,03 ± 0,09	320 ± 60,2	391 ± 137
NT4-600BFC	560 ± 35	3,39 ± 0,06	165,3 ± 10,1	594 ± 72
NT5-600LTD	616 ± 33	4,30 ± 0,26	143,4 ± 5,6	696 ± 27
NT6-1000BFC	1236 ± 111	5,53 ± 0,11	223,7 ± 22,4	194 ± 58

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

6.4.3 Propriétés mécaniques en traction uni axiale

La caractérisation mécanique est réalisée dans les deux directions (MD et CD) où la force et la déformation sont mesurées au cours de l'essai. Afin de s'assurer qu'il n'y a pas de glissement du renfort dans les mors, deux lignes ont été tracées sur les renforts à l'extrémité de chaque mors.

6.4.3.1 Traction globale classique

Les courbes, effort de traction en fonction de la déformation dans les directions MD et CD, sont reportées pour chaque non-tissé dans les **Figure 6-24**, **Figure 6-25**, **Figure 6-26**, **Figure 6-27**, **Figure 6-28** et **Figure 6-29**. Les courbes représentent la valeur moyenne des échantillons testés ainsi que les écarts-types. Le comportement des non tissés est caractérisé par des déformations importantes et une anisotropie entre les deux directions, comme décrit dans les travaux de Farukh et al. [36,37]. On peut également constater que plus les non-tissés sont denses, en termes de masse surfacique, meilleure est la répétitivité entre les échantillons (écart-type plus faible).

En regardant toutes les courbes moyennes, le sens transversal (CD) présente une résistance mécanique nettement plus élevée que dans le sens machine (MD). Par contre, la déformation avant rupture des fibres est plus importante dans le sens machine. Cette anisotropie de propriétés est le résultat de l'existence d'une direction préférentielle lors de la fabrication du non tissé. En effet, la nappe de fibres a une orientation spécifique lors du cardage et du nappage. Martin et al. [41] ont également trouvé que la direction CD est la direction préférentielle pour un non tissé aiguilleté de 200 $g.m^{-2}$. Cette différence entre les directions est supposée s'atténuer avec l'augmentation de l'aiguilletage étant donné que cette étape consiste à venir enchevêtrer les fibres dans le sens de l'épaisseur. Par contre, avec ce réglage d'aiguilletage, les performances mécaniques restent plus importantes dans le sens CD. En outre, l'analyse de l'allure des courbes montre que cette anisotropie du comportement s'accentue avec l'augmentation de la masse surfacique : la direction transversale tend à être plus rigide donc une force maximale plus importante et une déformation à rupture de plus en plus faible à l'inverse de la direction machine qui montre une plus grande déformation. Pour la dispersion des résultats, l'écart en CD est généralement plus important qu'en MD pour toute cette gamme de non tissés. Ce résultat est probablement dû au procédé de fabrication où les fibres sont plus orientées dans la direction CD.

En examinant les non tissés NT1-300 et NT2-450 (**Figure 6-24** et **Figure 6-25**), l'évolution des courbes est semblable en MD et CD. En revanche, le renfort NT2-450 semble plus résistant en termes de valeur maximale d'effort à rupture dans les deux directions ce qui peut s'expliquer par une masse surfacique plus importante. Cette influence de la masse surfacique sur les propriétés mécaniques des non-tissés se confirme avec l'étude des courbes des renforts NT4-600BFC et NT6-1000BFC, plus la masse surfacique est importante, plus les efforts à rupture sont grands, plus le non-tissé est résistant en traction et ce dans les deux directions.

Pour l'influence de la compression, la comparaison entre les courbes des non tissés NT1-300 et NT3-300HD, montre qu'en dépit de masses surfaciques proches, la compression permet d'avoir un non-tissé plus résistant (avec des valeurs à rupture proches du NT2-450). Par ailleurs la compression implique une rigidité, en début de courbe, nettement plus forte dans les deux directions. La dispersion plus importante avec le non tissé NT3-300HD peut être expliquée par la dispersion observée de la masse surfacique (**Figure 6-22**).

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

L'influence des paramètres d'aiguilletage peut être analysée en comparant les courbes de comportement des renforts NT4-600BFC et NT5-600LTD de masse surfacique similaire. Dans les deux 2 directions, le paramétrage BFC semble améliorer l'effort à rupture du non-tissé ainsi que réduire la dispersion (écart-type entre les échantillons plus faibles).

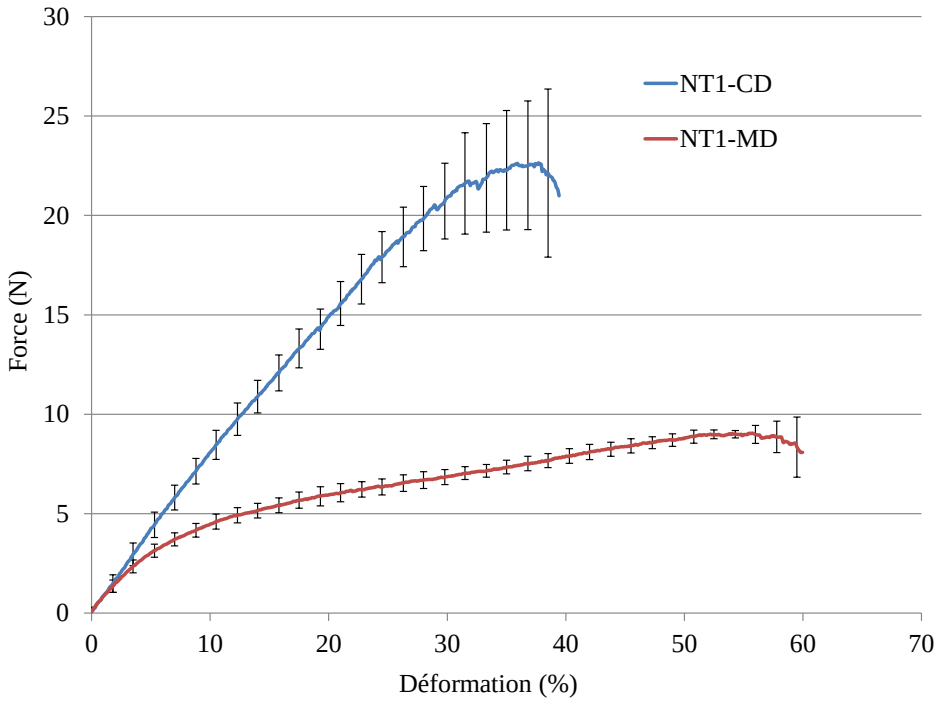


Figure 6-24: Courbes moyennes effort-déformation : Non Tissé NT1-300 dans les directions CD et MD

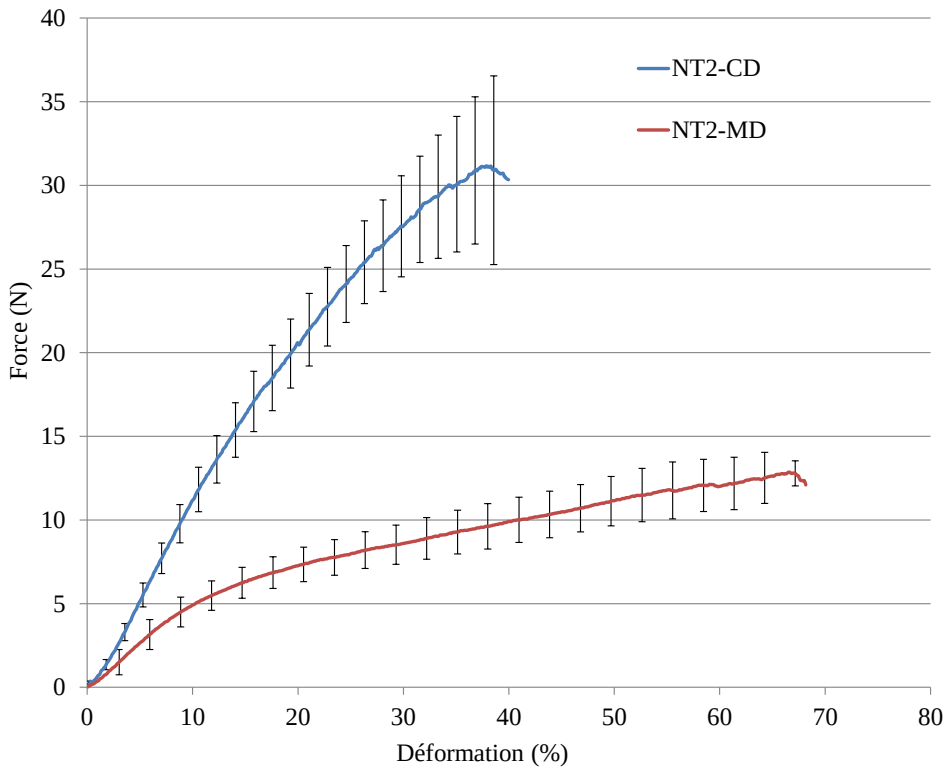


Figure 6-25: Courbes moyennes effort-déformation : Non Tissé NT2-450 dans les directions CD et MD

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

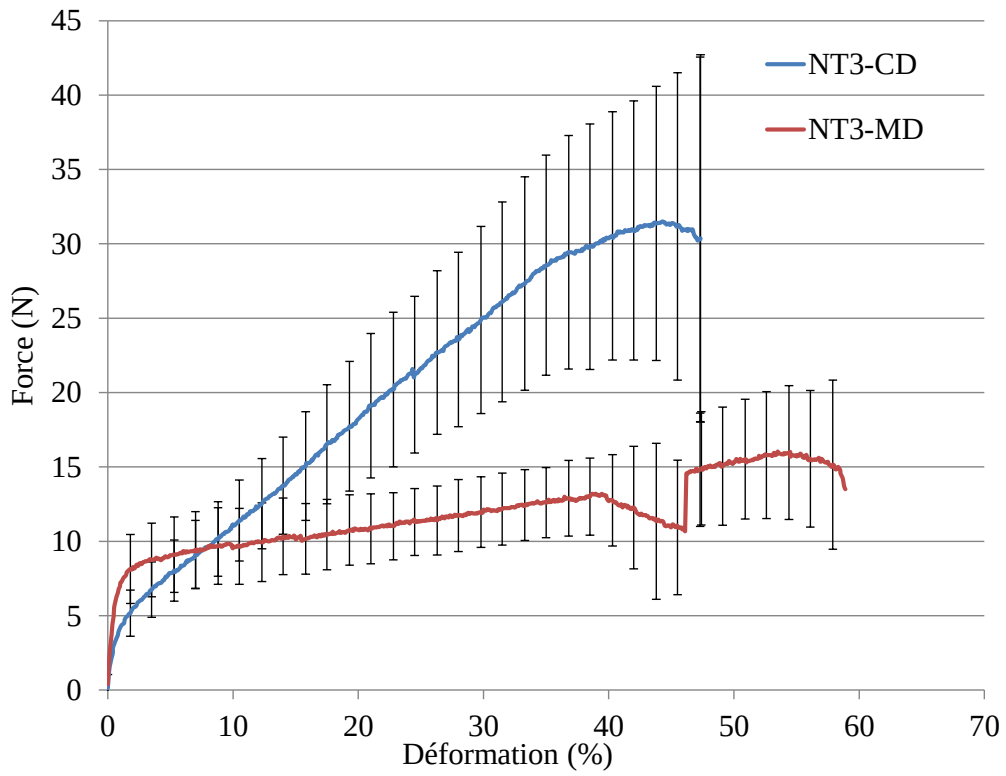


Figure 6-26: Courbes moyennes effort-déformation : Non Tissé NT3-300HD dans les directions CD et MD

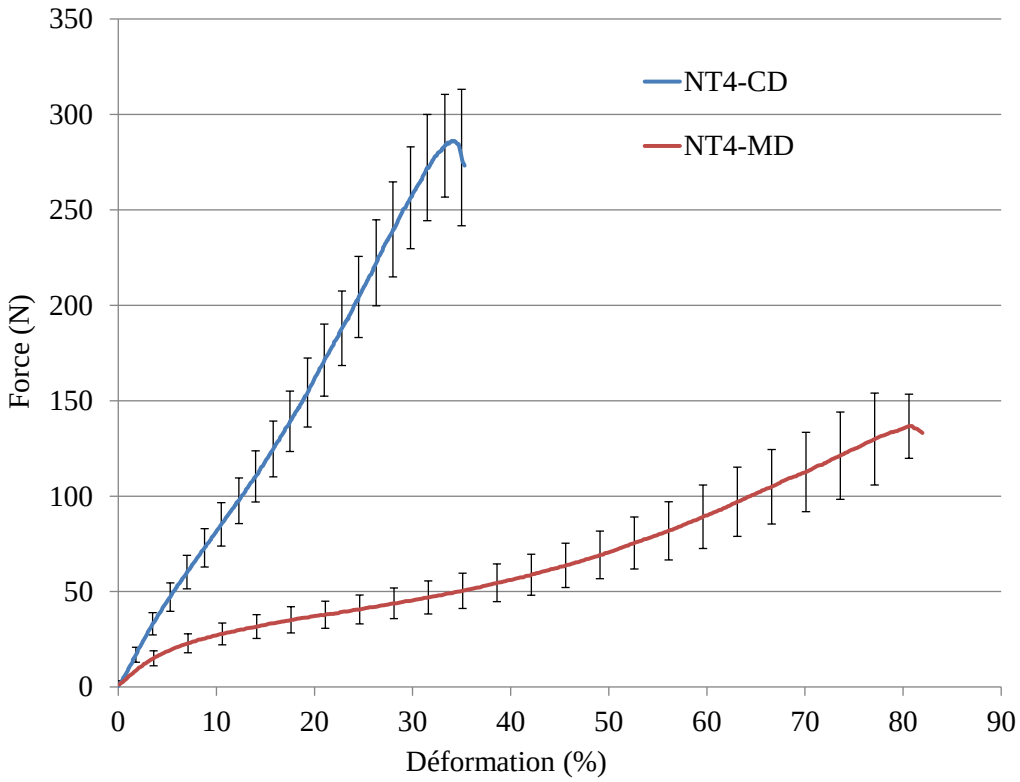


Figure 6-27: Courbes moyennes effort - déformation: Non Tissé NT4-600BFC dans les directions CD et MD

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

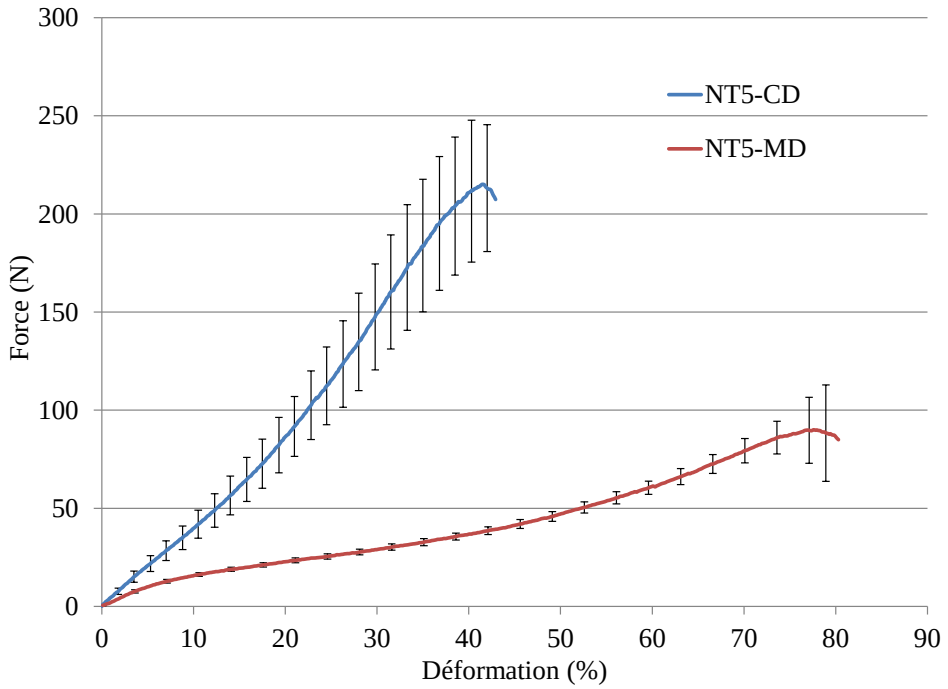


Figure 6-28: Courbes moyennes effort - déformation: Non Tissé NT5-600LTD dans les directions CD et MD

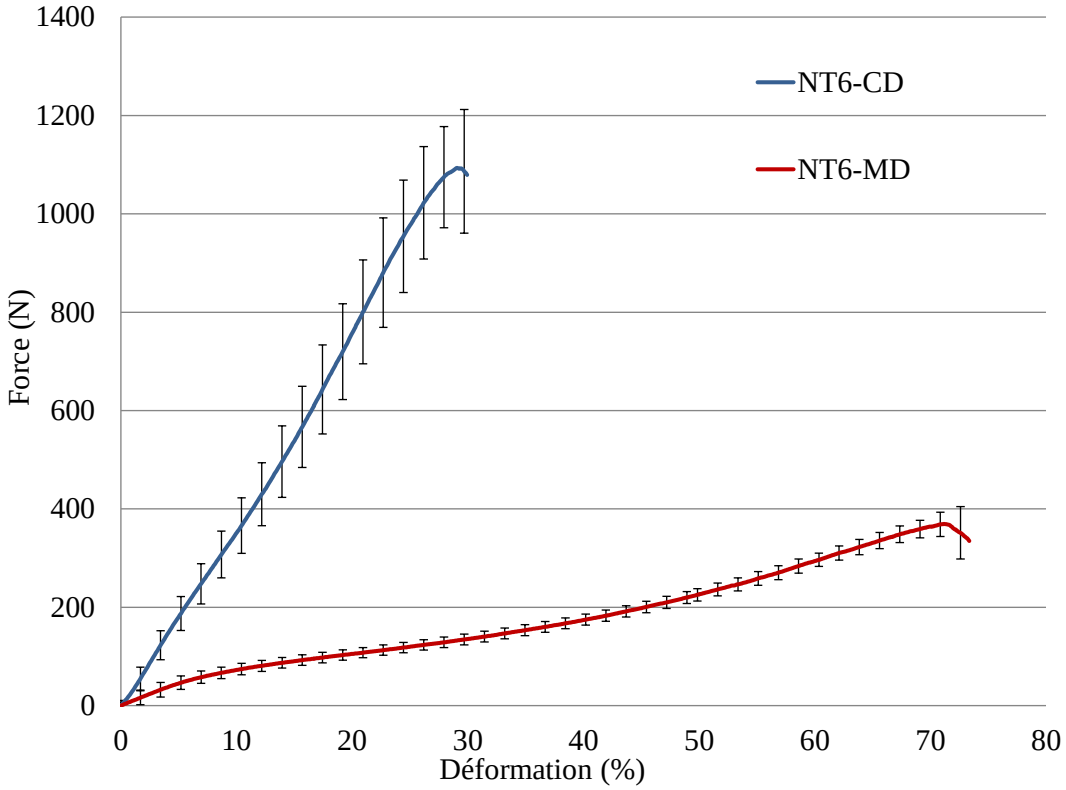
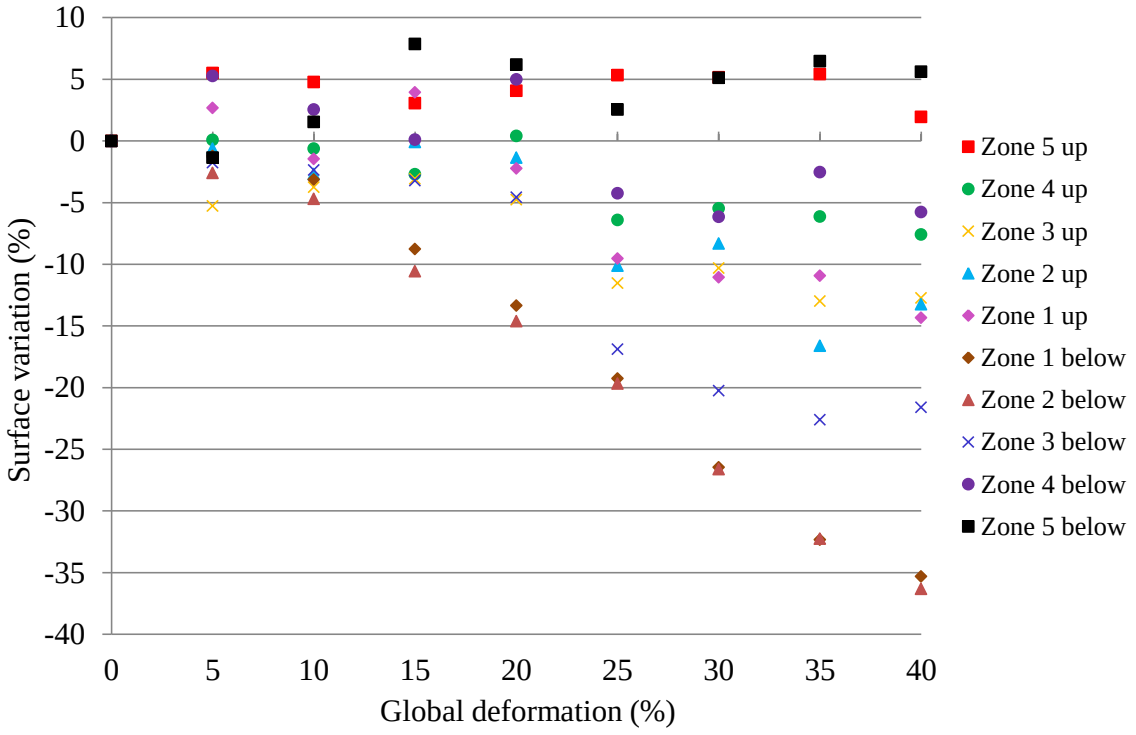


Figure 6-29: Courbes moyennes effort-déformation: Non Tissé NT6-1000BFC dans les directions CD et MD

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

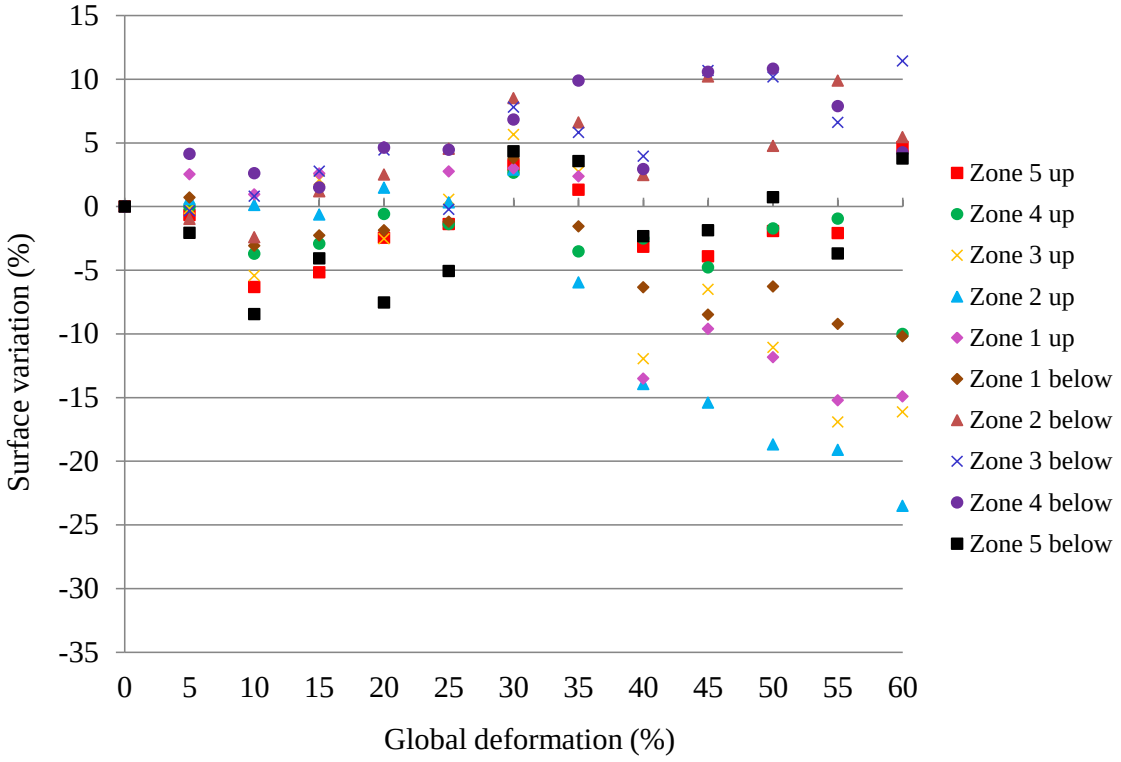
6.4.3.2 Traction locale : segmentation par zone

Cette étude est ciblée pour les non-tissés NT1-300 et NT2-450. La variation de surface de chacune des zones en fonction de la déformation globale dans les deux directions de l'échantillon NT1-300 est représentée dans la **Figure 6-30**. La variation de la surface n'est pas homogène dans les dix zones, ce qui peut être également observé directement sur l'échantillon déformé (**Figure 6-20**). Dans la direction transversale (CD), la surface diminue pour chaque zone sauf pour les zones 5, situées plus proches des mors. Cette réduction de la surface peut atteindre un maximum de 35% avec les zones 1 et 2, les plus proches du centre de l'éprouvette. Pour les deux directions, les déformations dans les zones proches du centre de l'éprouvette restent les plus importantes. Dans la direction transverse (CD), la variation de surface des différentes zones est beaucoup plus étendue que dans la direction machine (MD) où toutes les surfaces des zones semblent évoluer de manière plus homogène. A un même rapport de déformation, ces déformations locales semblent quantitativement plus importantes dans la direction CD conduisant à une rupture plus rapide. Ce qui est confirmé avec les courbes de comportement global où la rupture dans le sens machine (MD) arrive plus tardivement (**Figure 6-24**). Cette disparité plus importante dans le sens CD, des déformations locales à ces zones, peut expliquer également un écart-type constaté plus grand.



(a) la direction transversale (CD)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

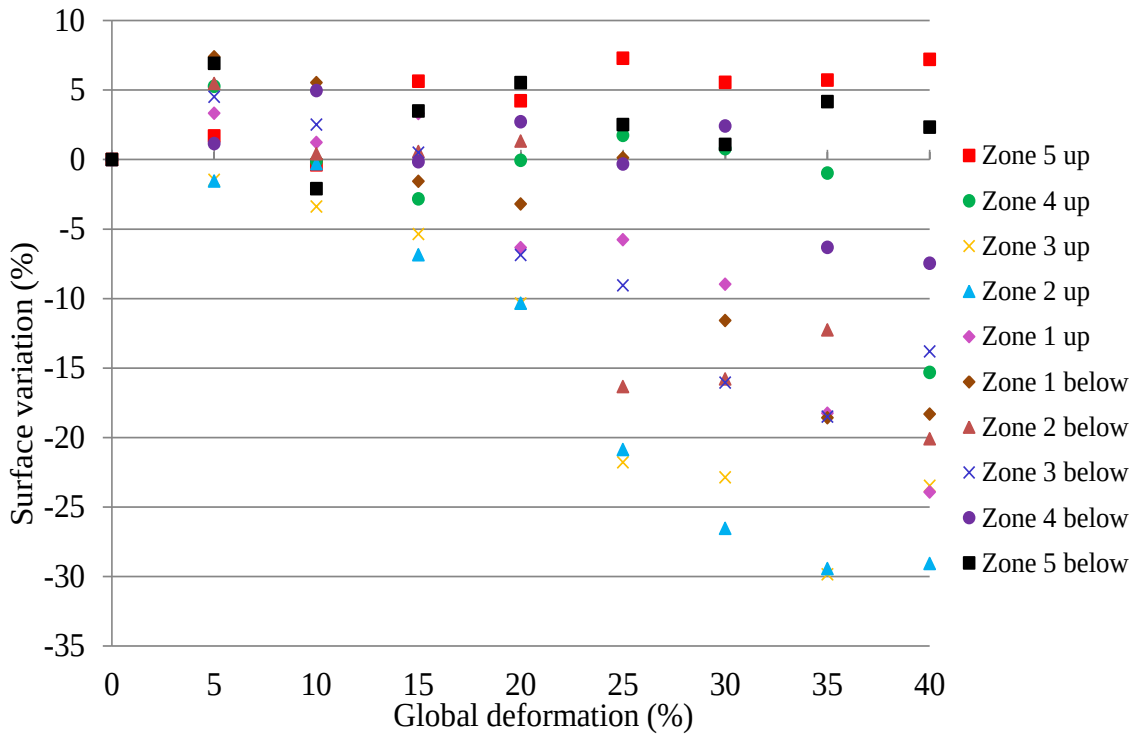


(b) la direction machine (MD)

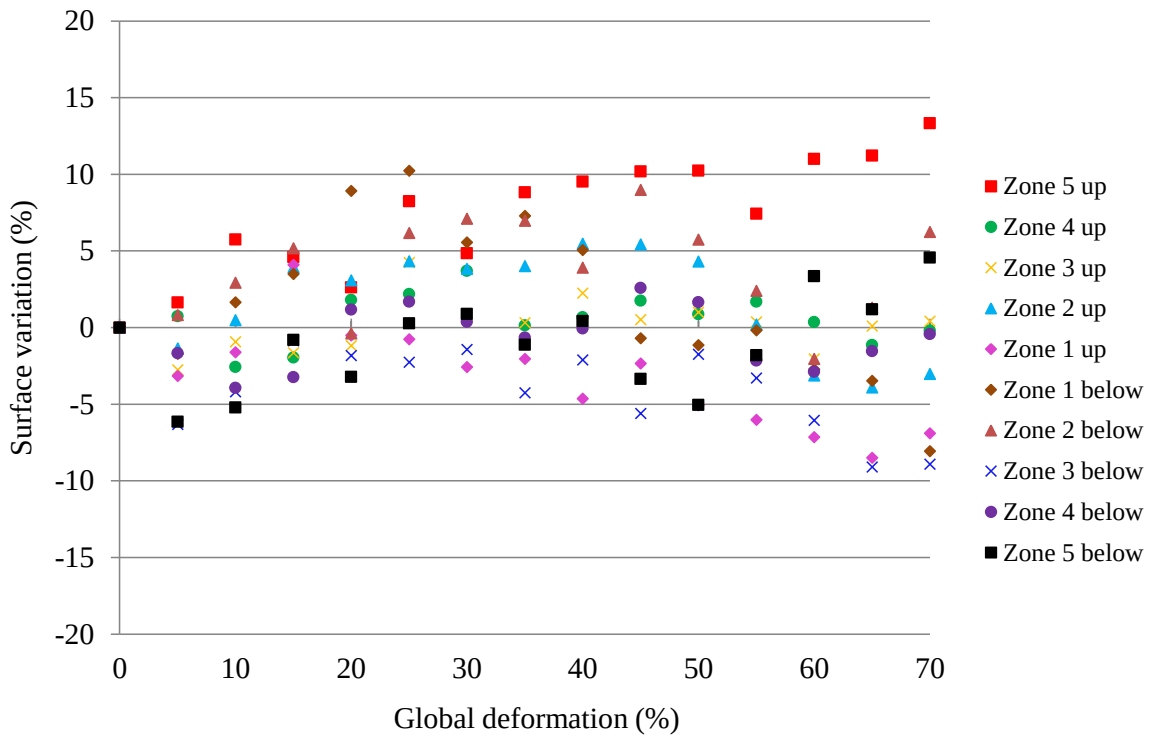
Figure 6-30: Variation de la surface locale en fonction de la déformation globale lors d'un test de traction : échantillon NT1-300 dans la direction (a) transversale et (b) machine

La variation de la surface en fonction de la déformation globale pour le non tissé NT2-450 est illustrée dans la **Figure 6-31**. Les mêmes conclusions trouvées pour le NT1-300 sont constatées : la variation de la surface n'est pas homogène et les surfaces des zones proches des mors augmentent légèrement (5%) ou restent inchangées. De manière similaire l'inhomogénéité de l'évolution de surface des zones est plus marquée dans la direction CD par rapport à la direction machine (MD). Avec au même rapport de déformations, des variations plus importantes qui conduisent plus rapidement à la rupture. Comparativement au non-tissé NT1-300, les valeurs de variation de surface sont moins élevées, le NT2-450 étant plus dense, les surfaces des mêmes zones évoluent moins. Ce non tissé paraît par conséquent plus homogène.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(a) la direction transversale (CD)



(b) la direction machine (MD)

Figure 6-31: Variation de la surface locale en fonction de la déformation globale lors d'un test de traction: échantillon non tissé NT2-450 dans la direction (a) transversale et (b) machine

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

6.4.4 Propriétés mécaniques en flexion : Flexomètre de Peirce

La **Figure 6-32** présente la rigidité en flexion des non tissés NT1-300 et NT2-450, dans chacune des deux directions. La rigidité en flexion est plus élevée dans la direction transversale (CD) que dans la direction machine (MD), en particulier pour l'échantillon NT2-450. Le ratio de rigidité de flexion CD/MD atteint 1,3 pour le non-tissé NT1-300 alors qu'il est de 1,5 pour le NT2-450. Par ailleurs la variation de la rigidité en flexion est proportionnelle à la masse surfacique du non tissé : en comparant les non tissés de 300 et 450 g.m^{-2}, la rigidité augmente respectivement de 190% dans la direction machine et 233% dans la direction transversale.

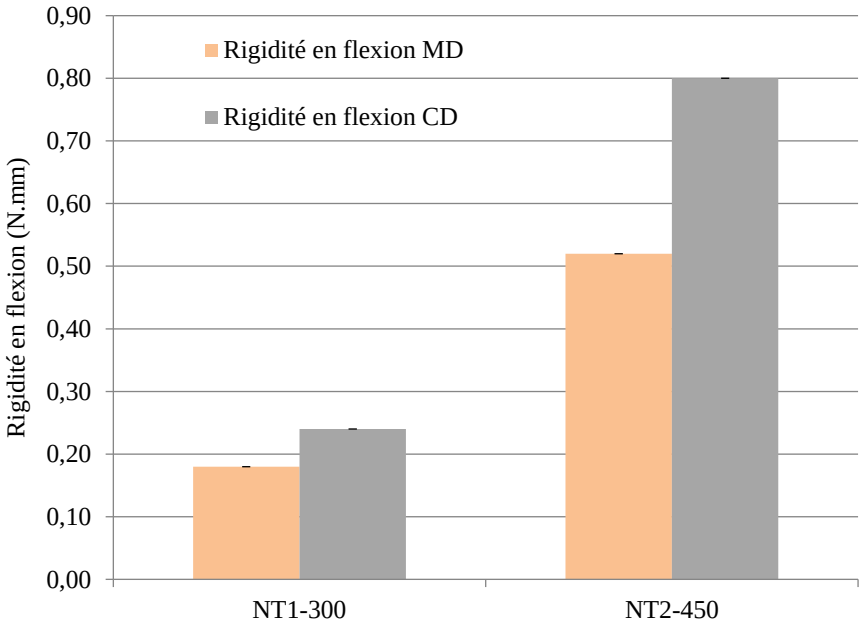


Figure 6-32: La rigidité en flexion pour les non tissés NT1-300 et NT2-450

Pour garder une lecture cohérente, les rigidités de flexion des renforts NT4, NT5 et NT6 ont été séparées de celles des non-tissés NT1-300 et NT2-450. On reporte à la **Figure 6-33** les rigidités de flexion de ces non-tissés dans les deux directions. On constate que ces rigidités de flexion augmentent proportionnellement à la masse surfacique. Comme constaté précédemment, les rigidités de flexion sont plus importantes dans le sens CD. De même plus les masses surfaciques sont importantes plus le ratio CD/MD croit. Les valeurs de rigidités de flexion des renforts NT4-600BFC et NT5-600LTD sont trop proches (aux écarts-types près) pour pouvoir conclure sur l'influence des paramètres d'aiguilletage sur ce comportement en flexion.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

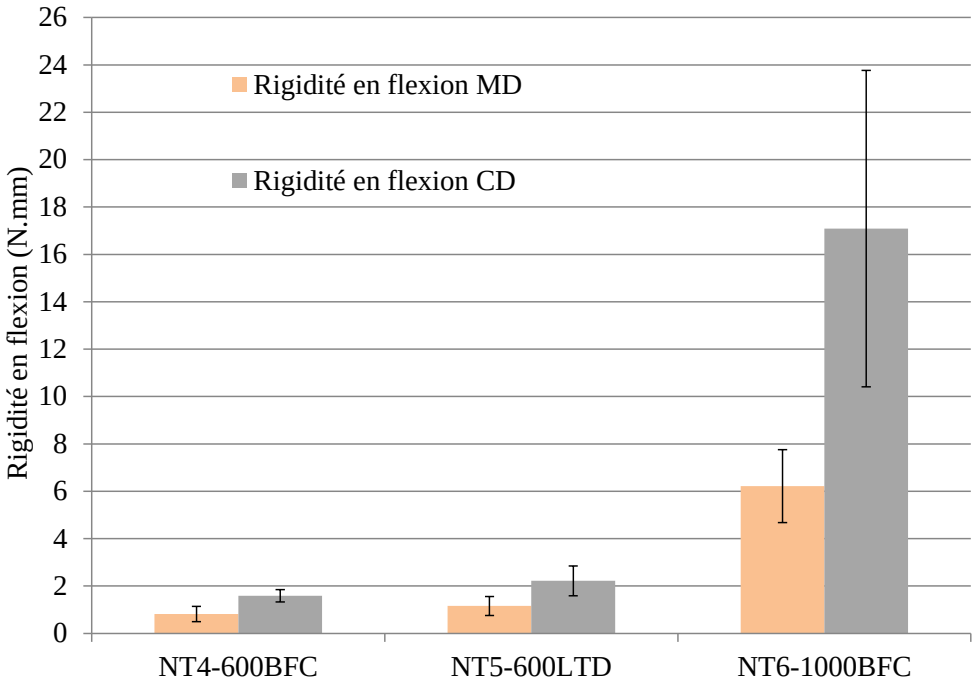


Figure 6-33: La rigidité en flexion pour les non tissés NT4-600BFC, NT5-600LTD et NT6-1000BFC

6.5 Analyse intra-échelle : comparaison des propriétés mécaniques

Les valeurs maximales des efforts de traction (en N) et des déformations correspondantes sont respectivement reportées sur les **Figure 6-34** et **Figure 6-35**. Les histogrammes d'évolution montrent une augmentation de la résistance mécanique conforme à l'augmentation de la masse surfacique du non tissé, en passant de 31 ± 6 N à 1093 ± 140 N dans la direction CD pour respectivement les non tissés de 300 $g.m^{-2}$ et de 1000 $g.m^{-2}$. Le non tissé condensé NT3-300HD présente des valeurs de force maximale semblables à celles du non tissé NT2-450. Donc, le compactage aide à améliorer la résistance mécanique du non tissé dans les deux directions. En ce qui concerne le paramètre d'aiguilletage, l'aiguilletage BFC offre une légère augmentation de la force maximale en traction par rapport au le réglage LTD. Pour tous les échantillons, la direction transversale CD a de meilleures performances mécaniques que la direction machine MD. La différence entre les directions atteint 196% pour le non tissé de 1000 $g.m^{-2}$. Cependant, le compactage fait diminuer cette valeur de 150% à 96%. Pour le NT4-600BFC, l'anisotropie est moins prononcé que le NT5-600BFC.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

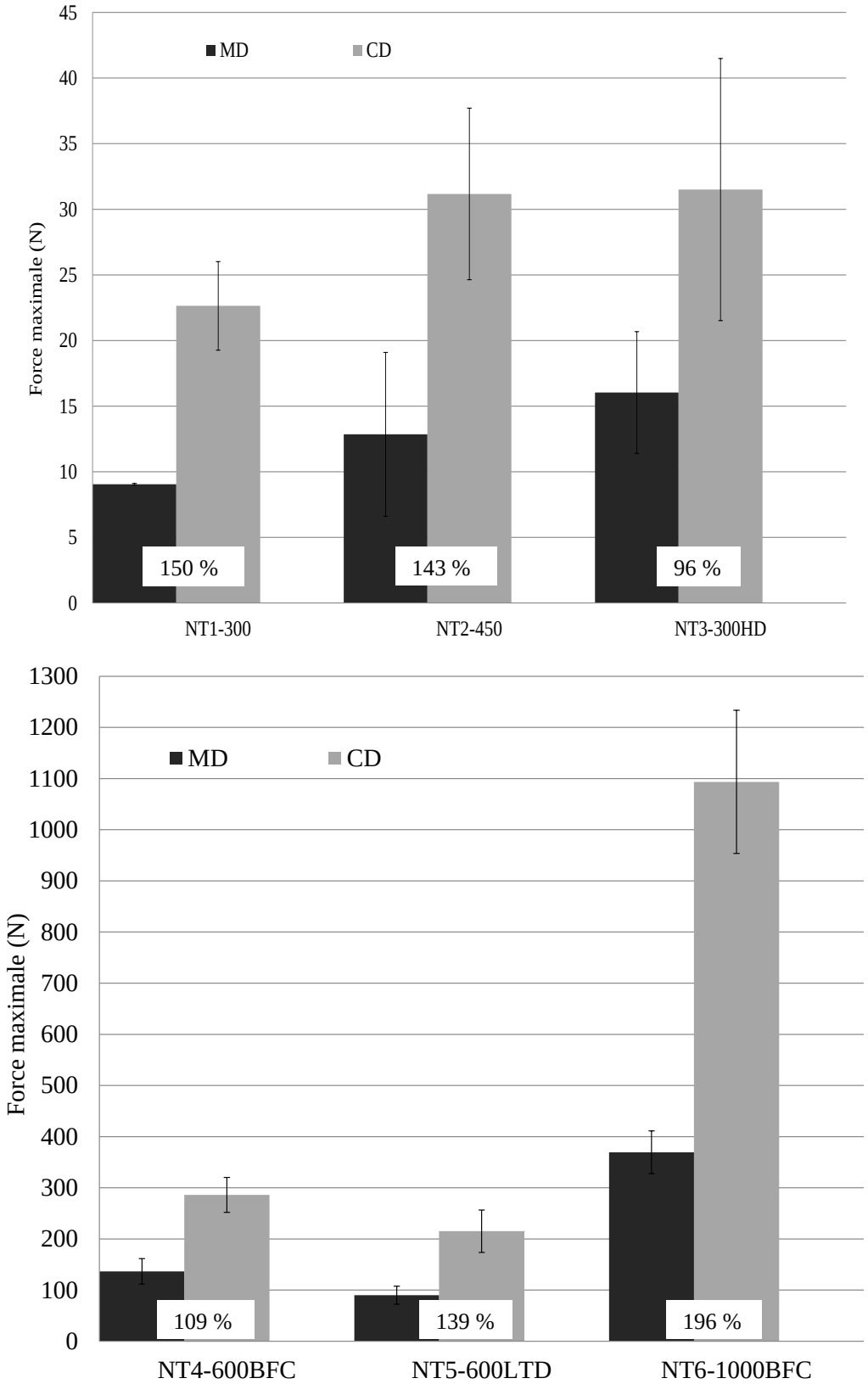


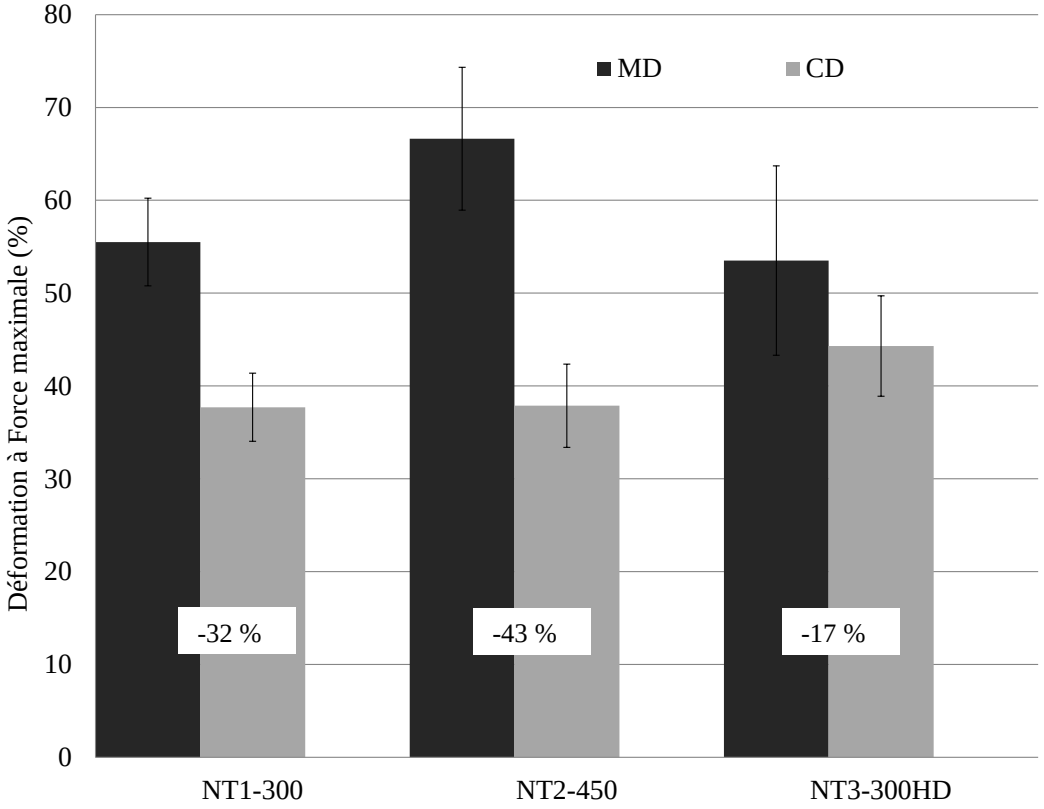
Figure 6-34: Variation de la force maximale des non tissés dans les directions MD et CD

En terme de déformation à force maximale (voir **Figure 6-35**), on peut remarquer que l'évolution dans la direction MD ne suit pas celle de la résistance avec un taux de déformation moyen plus faible pour le NT1-300 et NT3-300HD par rapport au NT2-450.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Ceci peut être expliqué par un fort écart-type dû à l'hétérogénéité de la déformation. En réalité, la déformation diffère selon l'échantillon : existence ou non de zone locale de faiblesse, changement d'épaisseur, mors trop serrés etc… Et ces défauts sont accentués avec des non tissés de faible grammage. Ainsi, la rupture d'un non tissé comme NT1-300 peut être une sorte d'« ouverture » très localisé du réseau ou un glissement progressif des fibres dans la structure jusqu'à l'obtention d'un effort presque nul.

Avec une meilleure rigidité dans la direction transversale, les valeurs de déformation sont nettement plus élevées dans la direction machine. En effet, la déformation évolue dans l'intervalle [53%-81%] en MD contre [29%-44%] en CD. De même que la force, NT3-300HD présente la plus faible anisotropie avec une différence de -17% tandis que le non tissé le plus dense NT6-1000BFC reste très hétérogène avec une différence moyenne de -59%.



© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

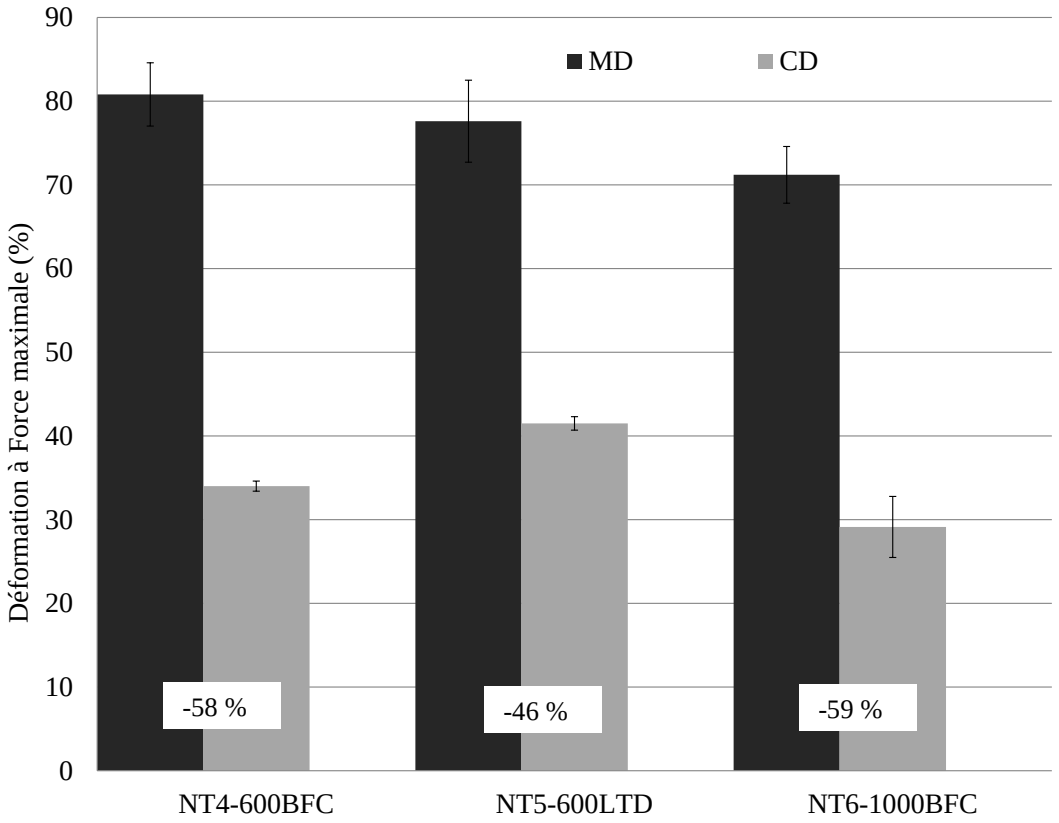


Figure 6-35: Variation de la déformation à force maximale des non tissés dans les directions MD et CD

La comparaison entre les différents types de non tissés est évaluée selon l'effort maximal, la déformation à effort maximal mais également en termes de raideur définie sur les pentes des courbes effort-déformation. Cette pente est calculée dans l'intervalle de déformation de [0 - 5%] suivant l'évolution de la courbe.

La **Figure 6-36** présente la pente calculée dans la direction MD et CD pour les non tissés NT1-300, NT2-450 et NT3-300HD. Dans les deux directions, cette pente augmente proportionnellement à la masse volumique des échantillons non tissés. En effet, dans la direction transversale (CD), le module de force est de 83 ± 14 N pour NT1-300 et 105 ± 14 N pour NT2-450. Cette légère variation est due à l'augmentation de la densité en fibres dans le non tissé. En outre, la compression du non tissé a une influence significative constatée par la comparaison de la pente entre NT1-300 et NT3-300HD. La compression du non tissé entraine l'augmentation de la densité volumique en fibres (de $112{,}3 \pm 6{,}4 \times 10^3$ à $320 \pm 60{,}2 \times 10^3$ $g.m^{-3}$) par conséquent une pente plus importante.

En comparant les deux directions, la pente est plus importante dans la direction CD et augmente de 41%, 49% et 31% pour respectivement NT1-300, NT2-450 et NT3-300HD par rapport à la direction MD. Ce phénomène est causé par l'orientation préférentielle des fibres dans la direction transversale CD qui conduit à une plus grande rigidité en traction, constatée également avec une résistance maximale en traction plus élevée en CD.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

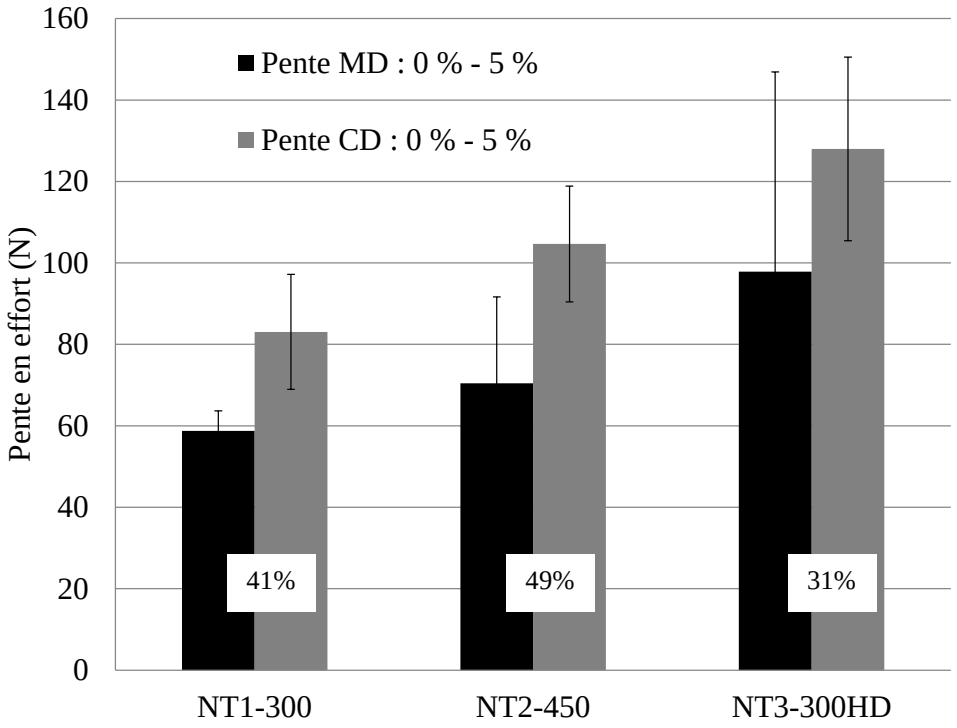


Figure 6-36: Variation de la première pente des non tissés NT1-300, NT2-450 et NT3-300HD

La **Figure 6-37** illustre la variation de la pente dans les deux directions MD et CD pour les échantillons NT4-600BFC, NT5-600LTD et NT6-1000BFC. Comme précédemment décrit, la pente en effort augmente proportionnellement à la masse surfacique. L'influence du paramètre d'aiguilletage est apparente en particulier dans la direction transversale : la pente diminue de 919 ± 158 N pour le réglage BFC à 410 ± 77 N pour le réglage LTD. Conformément aux résultats de la traction simple, le non tissé BFC possèdent une meilleure rigidité et résistance mécanique. Par conséquent ce paramètre d'aiguilletage a une influence significative sur le comportement mécanique des non-tissés.

La pente est également plus élevée dans la direction CD. Cette différence, avec le sens machine (MD) s'accentue avec l'augmentation de la masse surfacique du non tissé : la variation entre MD et CD passe de 150% à 300% pour respectivement NT4-600BFC et NT6-1000BFC. Une masse surfacique plus élevée entraine une densité en fibres plus importante dans le non tissé suivant la direction préférentielle.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

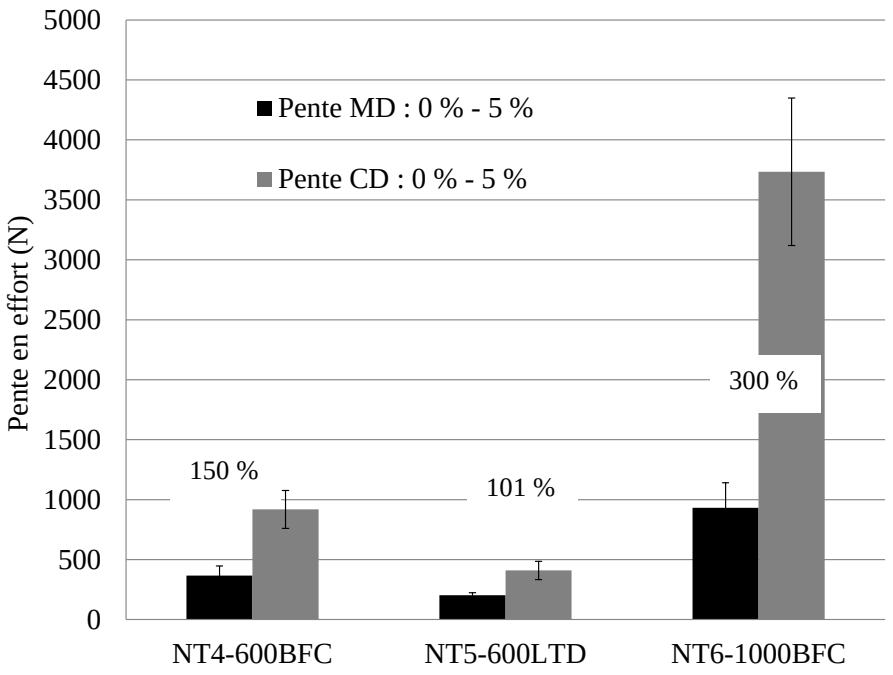


Figure 6-37: Variation de la première pente des non tissés NT4, NT5 et NT6

6.6 Déformabilité du Non tissé

6.6.1 Préformage et paramètres

Comme introduit dans les perspectives du chapitre 3, la caractérisation de la déformabilité d'un textile en préformage est une étape utilisée afin d'améliorer et d'optimiser le procédé RTM [37,58-60]. La prédiction du comportement des renforts lors de la réalisation de formes complexes est une étape importante. De nombreuses études ont été réalisées sur l'emboutissage des renforts en fibres de carbone et fibres de verre sous forme de tissus ou unidirectionnels [61-64], stratifiés, NCF (Non Crimp Fabric) [64-67], 3D interlock [68,69], tricots [70] et plus récemment les tresses [71]. En revanche, Les études des renforts non tissés à base de fibres naturelles se limitent aux caractéritiques d'imprégnation de la résine au cours de l'injection [72-74]. Il n'existe pas d'étude qui traite son comportement au cours du préformage, pour cette raison il paraît important d'étudier cet aspect du non tissé. Pour ce faire, la méthode de caractérisation utilisée est basée sur les méthodes classiques des renforts alignés mais en prenant en compte les spécificités d'une structure non tissée. Le comportement d'un renfort fortement aligné, comme le tissu ou le tricot, au cours du préformage est caractérisé par un ensemble de déformations complexes en traction, cisaillement plan, flexion et également compaction [75]. Ainsi, les critères de faisabilité du préformage sont établis sur les limites de ces déformations comme le calcul de l'angle de blocage du réseau pour caractériser le comportement en cisaillement dans le plan entre les fils [75-77]. Ces déformations peuvent entraîner des défauts majeurs comme le phénomène de plissement (voir **Figure 6-38**). Cependant, pour la majorité des procédés de fabrication, le non tissé est une structure non alignée à base de fibres enchevetrées ayant une orientation spécifique, non uniforme et possédant un comportement anistrope. Par conséquent, les critères de déformabilité pendant le préformage ne peuvent pas être les mêmes que celles des renforts alignés. Par exemple, les déformations en cisaillement et donc l'angle de blocage entre les fils n'apparaissent plus avec la structure du non tissé. Le

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

principal défaut du préformage d'un non tissé est causé par la variation locale de densité en fibres, comme étudié lors des essais de traction. En effet, les fibres, initialement enchevétrées ensemble, peuvent migrer en se dispersant ou se concentrant dans d'autres zones selon l'évolution du préformage. Ce phénomène entraine l'apparaition de forte porosité voir d'endommagement de l'échantillon. Pour cette raison, les paramètres de caractérisation sont redéfinis dans cette étude pour s'adapter au comportement du non tissé.

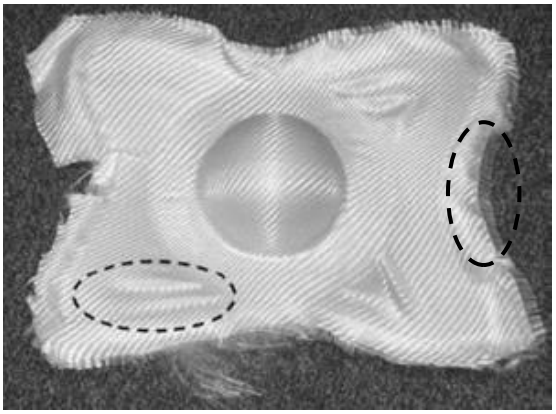


Figure 6-38: Emboutissage d'un renfort tissu à base de fibres de verre : exemple de défaut [76]

Pour un renfort classique orienté, il existe plusieurs paramètres d'entrée et de sortie à prendre en compte :

Paramètres d'entrée :

- Caractéristiques du renfort : Nature des fibres utilisées, structure, masse surfacique, épaisseur, nombre de fils /cm en chaîne en trame
- Orientation du renfort
- Nombre de couches
- Pression excercée par le serre-flan
- Dimensions et géométrie de la matrice et du poinçon
- Vitesse emboutissage
- Pression appliquée au poinçon

Paramètres de sortie :

- Force d'emboutissage
- Avalement dans les deux directions
- Angle de cisaillement
- Variation d'épaisseur
- Existence de plissements, plis, boucles …

Pour les raisons invoquées précédemment, les paramètres ci-dessous ont été choisis en adéquation avec la structure du non tissé.

Paramètres d'entrée :

- Caractéristiques du renfort : Nature des fibres utilisées, masse surfacique, épaisseur
- Orientation du renfort : MD, CD et ± 45°
- Nombre de couches
- Pression excercée par le serre-flan (force appliquée au serre-flan)
- Dimensions et géométrie de la matrice et du poinçon
- Vitesse et profondeur d'emboutissage
- Pression appliquée au poinçon

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Paramètres de sortie :

- Force d'emboutissage
- Déplacement du poinçon
- Avalement dans les deux directions
- Variation d'épaisseur
- Densité surfacique locale
- Existence de défauts : plissement, pli, endommagement du réseau…

La géométrie du poinçon a un impact sur la drapabilité des renforts et sur l'application des efforts, suivant une seule courbure (hémisphère) ou des sollicitations complexes comme avec la boîte carrée. Pour les renforts tissus, l'angle de cisaillement entre les fils de chaîne et les fils de trame constitue la déformation principale lors de l'emboutissage. L'angle intialement de 90° évolue selon la géométrie de la mise en forme. Cette variation d'angle entre les fils de chaine et de trame est essentielle pour que le tissu épouse la forme du poinçon. Sous des contraintes importantes, on peut même parler d'angle de blocage entre la chaîne et la trame. Cette déformation de cisaillement plan, calculée par la variation d'angle entre les mèches, n'a pas lieu d'être pour les renforts non-tissés. Le phénomène qui se produit est le déplacement des fibres dans la structure selon la forme et la séverité de la déformation. Cependant, ce déplacement est différent selon la zone de sollicitation ce qui provoque des défauts liés à la non-homogénéité de l'échantillon. Pour cette raison, de manière similaire aux essais de traction la variation de la densité surfacique locale du non tissé est analysée par zones mais lors du préformage.

La génération des défauts pouvant apparaître lors de la mise en forme de renforts tissé a été mise en evidence dans la littérature, récemment dans l'étude de Boisse et al. [78]. Pour le non tissé, hormis la notion de plis, qui n'est pas générée par le cisaillement, les défauts associés au glissement du réseau de fibres peut générer, dans les cas extrèmes des zones de transparence du renfort, de vides ou de déchirures, ces trois défauts seront mis en évidence dans l'approche expérimentale décrite ci-dessous.

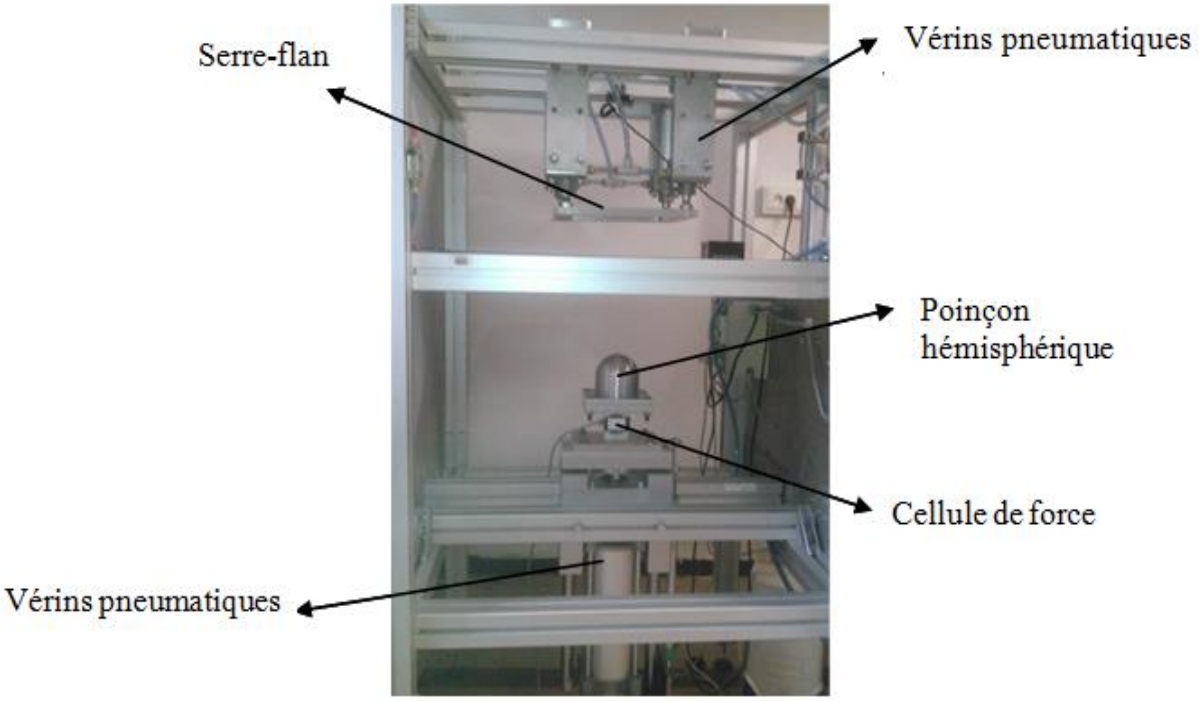
6.6.2 Banc d'emboutissage

Les essais de mise en forme ont été réalisés avec le banc d'emboutissage du laboratoire GEMTEX représenté sur la **Figure 6-39** [69]. Ce dispositif reproduit les sollicitations exercées pendant le préformage dans le but de comprendre et prédire le comportement du renfort. Il permet ainsi d'analyser même les déformations locales d'un renfort sec d'une géométrie à double courbure sous différentes conditions d'essais (forme du poinçon, position et pression du serre-flan…). Le non tissé de fibres de lin est déposé sur un serre-flan qui peut être de différentes dimensions et maintenu sous pression avec une plaque en plexiglas appelée matrice comme indiqué dans la **Figure 6-39.**(b).

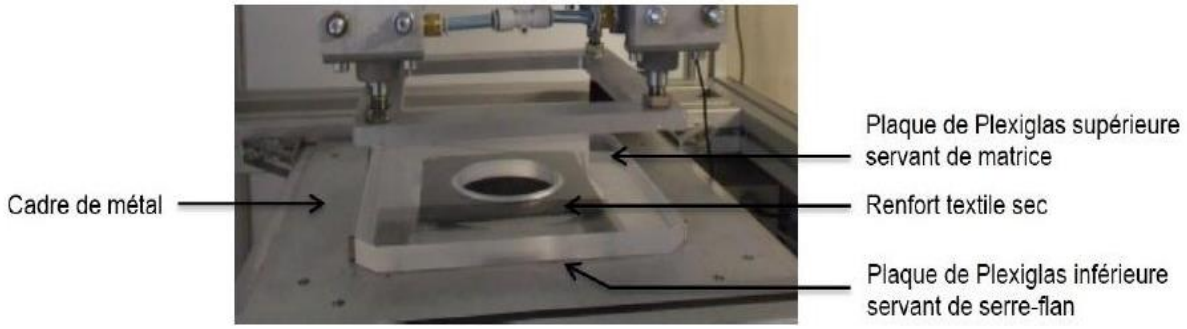
Deux différents types de poinçon sont utilisés pour cette étude : une forme hémisphérique et une boite carrée (**Figure 6-39.**(c)). La pression exercée pour le maintien du renfort est assurée par quatre vérins pneumatiques appuyant sur un cadre métallique qui entraîne à son tour une pression uniforme sur le flan. Cette pression du serre-flan est un paramètre important à prendre en compte pour notre étude. Le banc d'emboutissage dispose de trois capteurs : un capteur de force qui mesure l'évolution de la force d'emboutissage pendant l'essai, un capteur de déplacement qui permet l'acquisition du déplacement vertical du poinçon. Le banc est muni d'une caméra vidéo, positionnée au-dessus, pour une analyse optique à l'aide des marquages mis sur le renfort. Les principaux paramètres d'emboutissage utilisés pour cette étude sont indiqués dans le **Tableau 6-5**.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Une analyse optique est nécessaire pour la mesure des variations locales de densité ainsi que le calcul de l'avalement et l'apparition de défauts locaux. Pour cette raison, un marquage est appliqué sur chaque échantillon testé et à l'aide de l'analyse d'image (ImageJ), la drapabilité selon la direction et l'évolution des défauts pourra être suivies tout au long du test. Le quadrillage du marquage dépend entièrement de la géométrie du poinçon afin qu'il suive la forme final emboutie.

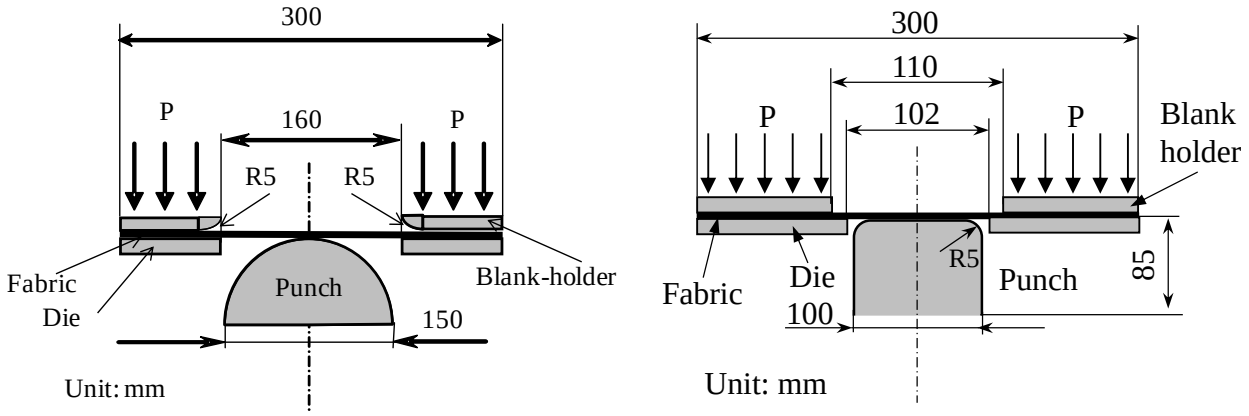


(a)



(b)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(c)

Figure 6-39: Banc d'emboutissage GEMTEX

Tableau 6-5. Paramètres des tests d'emboutissage

Paramètre	Description
Renforts	NT1-300 et NT2-450
Vitesse d'emboutissage	45 mm.s^{-1}
Déplacement du poinçon avec le préformage hémisphérique	65 mm
Déplacement du poinçon avec un préformage boite carré	80 mm
Pression serre-flan	0,01 et 0,2 MPa

6.6.3 Etude expérimentale

6.6.3.1 Protocole d'essai

Afin d'étudier la drapabilité du non tissé lors de l'étape de préformage du composite, les échantillons testés sont préparés par des découpes dans les directions machine (MD) et transversale (CD), noté direction 0/90°, mais également en MD + 45° et CD + 45° noté direction ± 45°. Les éprouvettes ont une dimension de 250 × 250 mm². Des repères (carte de marquage) sont dessinés directement sur les échantillons afin de mesurer la déformation locale de la préforme pendant l'emboutissage (**Figure 6-40**). Les lignes de repère sont tracées à partir du centre de l'échantillon, espacées de 15 mm, pour couvrir les surfaces, et ce pour toutes les directions (0/90° et ± 45°). Ce traçage est visible par la caméra installée sur le banc d'emboutissage afin que les positions initiales et finales (après préformage) puissent être mesurées de manière précise. Ces zones locales sont définies sur les échantillons afin d'effectuer des analyses sur l'évolution de la densité surfacique locale du non tissé pendant le préformage, à l'image de l'étude conduite lors des essais de traction.

Deux préparations possibles de l'échantillon sont présentées à la **Figure 6-40** avec deux types de traçage selon la géométrie du poinçon utilisée lors du test d'emboutissage : l'étude

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

est limitée à des poinçons hémisphériques et boite carrée. Associée à la numérotation des zones, **Figure 6-40**, la surface initiale, notée S_0, de chaque zone est reportée dans le **Tableau 6-6**.

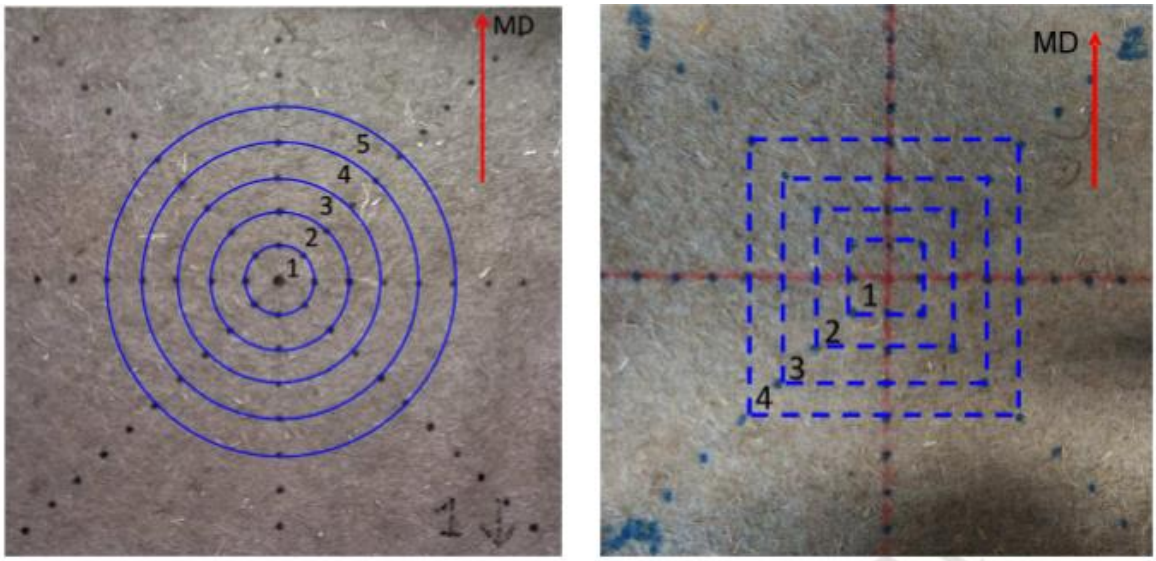


Figure 6-40: Exemple d'échantillons non tissés avec un marquage correspondant à un poinçon hémisphérique (à droite) et boite carrée (à gauche)

Tableau 6-6. Tailles des surfaces initiales de chaque zone tracée

Zone	Surface initiale pour un poinçon hémisphérique (mm²)	Surface initiale pour un poinçon boite carrée (mm²)
1	706,5	900
2	2119,5	2700
3	3532,5	4500
4	4945,5	6300

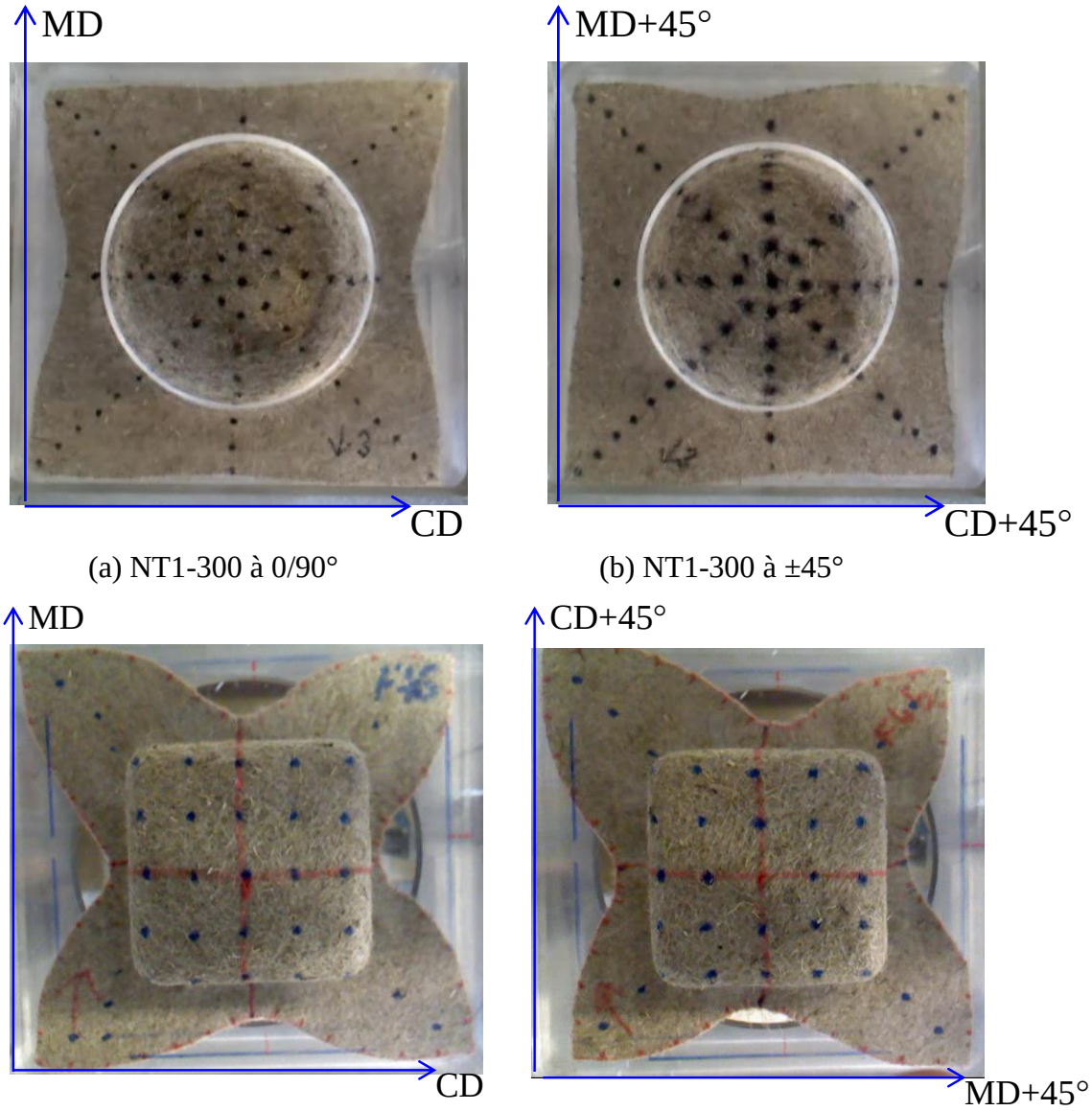
6.6.3.2 Résultats

i. Observations lors de l'emboutissage : Analyse des déformations locales et globales

La **Figure 6-41** présente les échantillons emboutis avec les deux poinçons pour les deux lots de renforts, selon les deux orientations et pour les pressions considérées. Durant l'emboutissage, des déformations locales et globales sont observées sur le renfort en commençant par la déformation locale. Ce mécanisme se caractérise par un déplacement ou migration locale des fibres dans la structure fibreuse. Par conséquent, les surfaces locales augmentent dans le non tissé et la densité de fibres diminue. Ce phénomène est particulièrement visible pour l'emboutissage hémisphérique (**Figure 6-41**(a) et (b)) où la taille des points de marquage augmente dans la zone utile après emboutissage. Pendant ces déformations locales, aucun déplacement du serre-flan n'est observé. Ensuite, une deuxième phase de l'emboutissage commence avec une déformation globale du renfort lorsque le poinçon atteint une certaine profondeur. Cette déformation globale consiste au glissement du renfort sous le serre-flan et qui peut être évalué par le calcul de l'avalement. Ce calcul sera fait dans la section suivante. L'évolution de la déformation est visible sur la **Figure 6-42**.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

Avec les deux types de poinçons, les renforts dans la direction 0/90° montrent une symétrie de déformation selon les axes horizontaux et verticaux (**Figure 6-41** (a) et (c)) tandis que les déformations dans la direction ± 45° sont symétriques selon les diagonales. Ces phénomènes sont caractéristiques du comportement global du non tissé après emboutissage mais qui ne tient pas compte du comportement local en traction étudié précédemment. Il paraît donc essentiel de comprendre le comportement en préformage des non tissés en analysant leurs propriétés globales et locales.



(a) NT1-300 à 0/90° (b) NT1-300 à ±45°

(c) NT2-450 à 0/90° (d) NT2-450 à ±45°

Figure 6-41: Exemples de résultats d'emboutissage Non tissé
Poinçon hémisphérique avec une pression de serre-flan de 0,01 MPa pur (a) et (b) ;
Poinçon boite carrée avec une pression serre-flan de 0,2 MPa pour (c) et (d)

© 2017 Tous droits réservés.

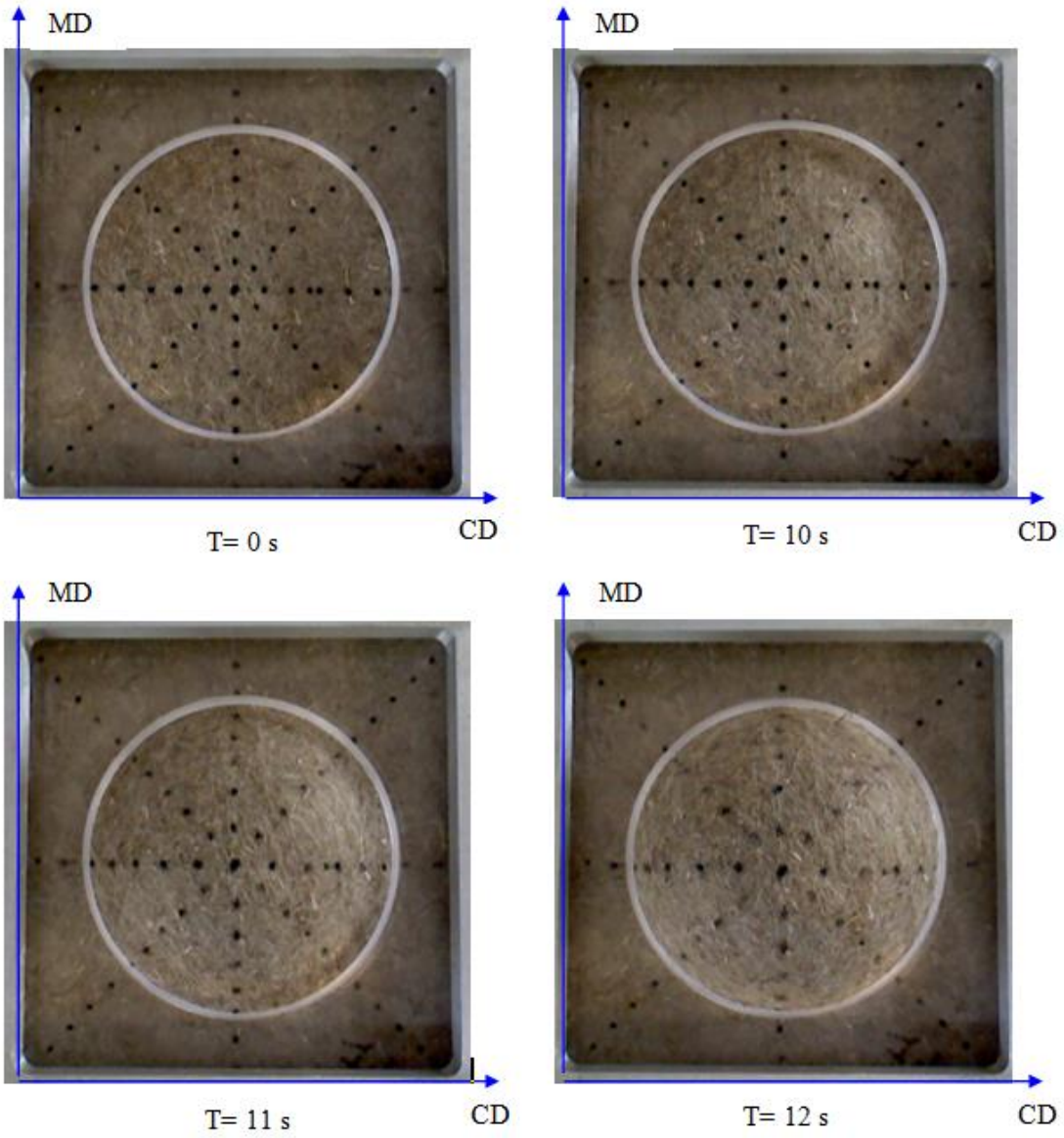


Figure 6-42: Evolution du non tissé NT2-450 lors d'un emboutissage avec un poinçon hémisphérique et une pression serre-flan de 0,2 MPa

ii. Avalement

Le phénomène d'avalement de matière s'associe à la modification de la forme initiale afin de draper le non tissé. Il est mesuré directement sur le non tissé embouti dans le banc comme indiqué sur la **Figure 6-43**. L'avalement constaté peut être associé directement à la déformation globale du non tissé lors de l'emboutissage et il évolue selon la forme du poinçon, les orientations initiales mais également les pressions des serres-flans. La mesure de l'avalement s'appuie soit sur la différence de profil, schématisé à la **Figure 6-43**, soit en la prise de mesure aux endroits d'avalement maximal. L'avalement maximal dans les directions MD/CD 0/90° et ±45° (CD+45° et MD+45°) est représenté sur la **Figure 6-44**. Ces valeurs sont mesurées à l'aide de photos prises à partir d'un point de vue central et perpendiculaire à la surface de la préforme. La **Figure 6-44.**(a) représente les résultats d'avalement pour l'emboutissage hémisphérique avec une pression serre-flan de 0,2 MPa. Pour une pression de 0,01 MPa, l'avalement est trop faible pour être mesuré. Pour l'emboutissage avec le poinçon boite carrée et une pression de 0,2 MPa, la **Figure 6-44.**(b)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

reporte les résultats obtenus hormis pour le non tissé NT1-300 qui s'est complétement endommagé et sur lequel nous reviendrons dans l'analyse des défauts.

Les résultats trouvés pour les déformés de 0/90° montrent que l'avalement obtenu dans la direction CD est nettement plus élevé que celui dans la direction MD pour les deux géométries de poinçon utilisées. Ce phénomène illustre l'anisotropie observée lors des essais de traction. En outre, la comparaison entre les deux lots de non tissé testés montre que l'avalement est inversement proportionnel à la masse surfacique où le non tissé NT2-450 présente des valeurs d'avalement plus faibles en raison de sa plus forte résistance. Pour un emboutissage à ± 45°, l'avalement dans les deux directions CD + 45° et MD + 45° est quasiment identique. Le même phénomène associé à la diminution de l'avalement relativement à l'augmentation de la masse surfacique est constaté.

Dans le cas de l'emboutissage avec la boite carrée, on peut constater à pression identique (0,01 MPa) que l'avalement est quantitativement plus important que celui obtenu avec l'hémisphère. La forme étant plus complexe que l'hémisphère, les efforts d'emboutissage sont plus importants et l'avalement plus conséquent. En analysant les résultats sur le non tissé NT2-450, plus la pression appliquée est importante, plus l'avalement augmente dans les directions MD/CD mais également dans les directions ± 45°. Tout comme avec l'hémisphère, l'anisotropie est marquée avec une prédominance de l'avalement dans la direction CD, pour les essais à 0/90°. Par contre, à même pression, l'effet de l'augmentation de la masse surfacique, (par comparaison entre NT1-300 et NT2-450) sur l'avalement est moins net qu'avec l'hémisphère. Le ratio d'avalement MD/CD, dans les essais 0/90° semble similaire pour ces deux renforts. Pour les essais à ± 45° la forme et les sollicitations étant plus élevées l'orientation des fibres semble évoluer, avec des avalements dans les deux directions bien moins similaires qu'avec l'hémisphère.

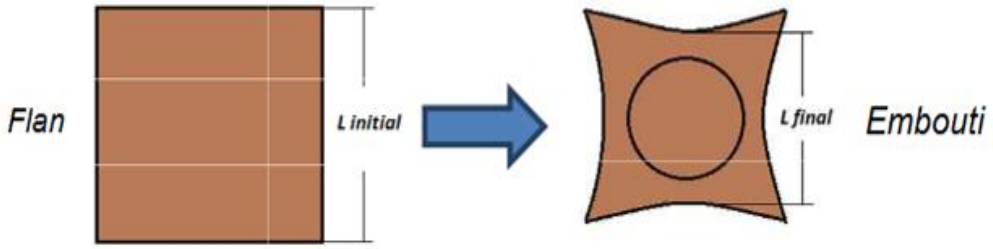
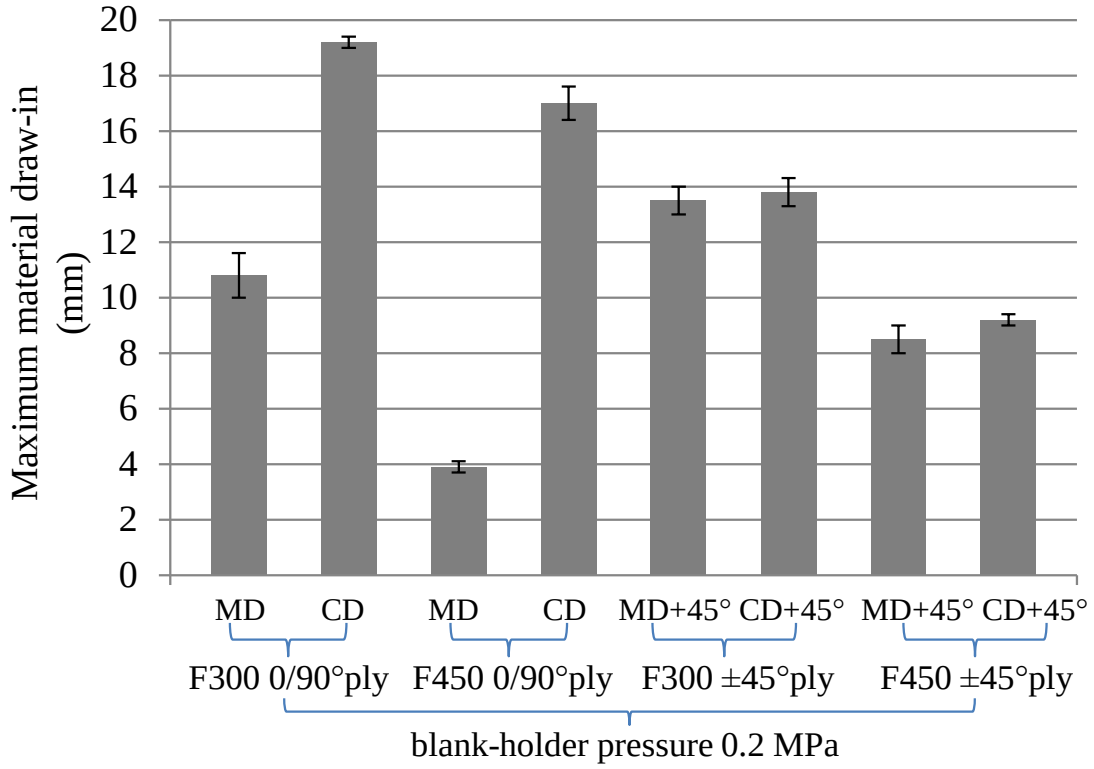
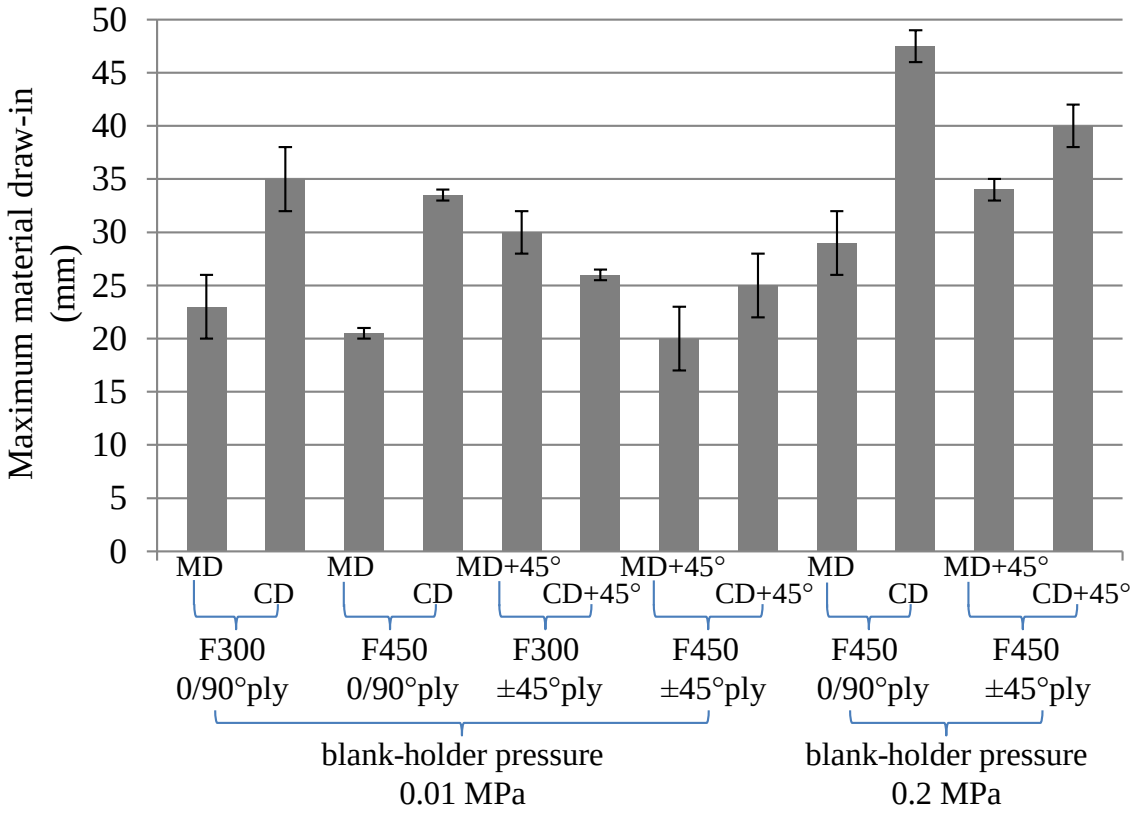


Figure 6-43: Principe de mesure de l'avalement: Exemple de poinçon hémisphérique [79]

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(a) Emboutissage hémisphérique



(b) Emboutissage boite carrée

Figure 6-44: Avalement maximal des échantillons NT1-300 et NT2-450 emboutis

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

iii. Force d'emboutissage

La force d'emboutissage représente l'effort du vérin lors de la montée du poinçon pour emboutir le renfort. Cet effort évolue et croit lors de l'emboutissage. L'effort maximal est définit à l'issue du préformage, il est mesuré pour chaque essai comme indiqué dans le **Tableau 6-7** à l'aide d'un capteur électrique relié au poinçon. On peut noter que, pour le même lot de non tissé, la force d'emboutissage augmente avec l'élévation de la pression serre-flan. En appliquant une pression plus élevée, le glissement du renfort entre le serre flan et la matrice devient plus difficile et nécessite par conséquent une force d'emboutissage plus importante.

A même orientation, plus la masse surfacique est élevée plus l'effort d'emboutissage est important. Par ailleurs, on peut constater que l'effort d'emboutissage dépend de l'orientation initiale, les efforts étant plus importants pour les orientations à 0/90° qu'à celles à ± 45°, surtout pour les faibles configurations (poinçon hémisphérique, faible pression, masse surfacique faible).

Enfin, l'emboutissage avec le poinçon boite carrée implique un effort d'emboutissage plus élevé en comparaison avec le poinçon hémisphérique, car comme précisé précédemment la forme étant plus complexe, les sollicitations nécessaires au préformage sont plus importantes.

Tableau 6-7. Force d'emboutissage F_{max} des renforts non tissés

Renfort	Pression du serre-flan (MPa)	F_{max} emboutissage hémisphérique (N)	F_{max} emboutissage boite carrée (N)
NT1-300 0/90°	0,01	140 ± 3	202 ± 5
NT1-300 ±45°	0,01	125 ± 4	190 ± 5
NT2-450 0/90°	0,01	160 ± 3	300 ± 4
NT2-450 ±45°	0,01	150 ± 3	295 ± 5
NT1-300 0/90°	0,2	360 ± 5	/
NT1-300 ±45°	0,2	325 ± 5	/
NT2-450 0/90°	0,2	700 ± 5	870 ± 4
NT2-450 ±45°	0,2	632 ± 8	865 ± 3

iv. Densité surfacique locale

Comme analysé précédemment lors des essais de traction, les renforts non tissés ne se déforment pas de manière homogène. Ce comportement conduit à une forte variation de la densité surfacique locale de chaque zone durant l'emboutissage. Afin de quantifier cette évolution de la densité locale, une mesure de la surface locale est réalisée en prenant en compte qu'il y a aucune perte de matière (pas de glissement de fibres). Les valeurs de surface initiale pour chaque zone ont été présentées dans le **Tableau 6-6**. Après

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

emboutissage, les surfaces locales sont remesurées par analyse d'image directement sur le non tissé embouti. Les deux géométries de poinçon sont étudiées par la suite.

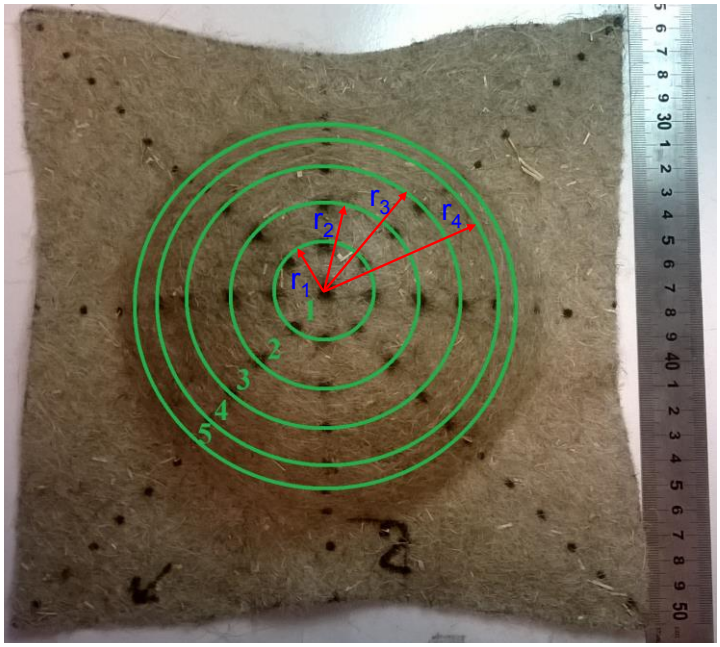
- *Poinçon hémisphérique*

La **Figure 6-45** présente les repères de marquage initialement circulaires qui conservent cette géométrie dans l'ensemble des 5 zones définies. En outre, les points marqueurs eux même augmentent de taille mais restent sur cette géométrie circulaire. La zone 1, située au centre de l'échantillon, forme une calotte sphérique et les zones de 2 à 5 font partie de cette calotte. La surface incurvée de la calotte sphérique peut être calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$S = 2\pi Rh \qquad \text{(Equation 8)}$$

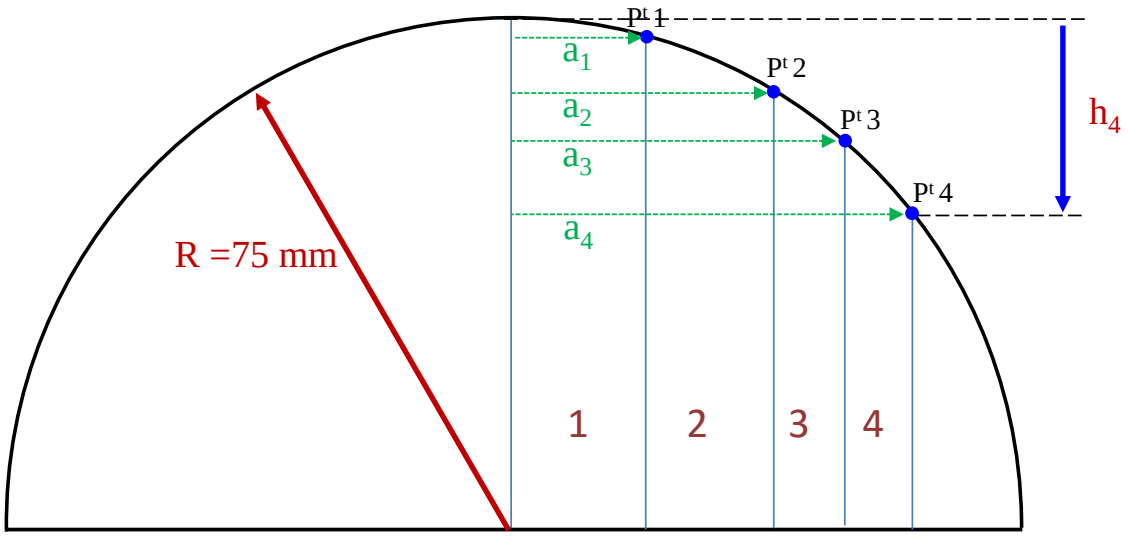
Avec
R : rayon de la sphère
h : hauteur de la calotte

La hauteur h de la calotte est directement mesurée sur la géométrie de la préforme emboutie mais elle dépend aussi du déplacement imposé du poinçon. Géométriquement, le rayon de base de la calotte (a_i) observé en vue latérale (**Figure 6-45** (b)) est égal au rayon du cercle (r_i) observé en vue de dessous (**Figure 6-45** (a)). Les rayons r_i peuvent être mesurés par une analyse optique des marqueurs. Donc, les points 1-4 (notés dans la **Figure 6-45** (b)) peuvent être obtenus sur la déformée de la préforme. A partir de ces positions, la hauteur de la calotte h_i est mesurée géométriquement.



(a)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



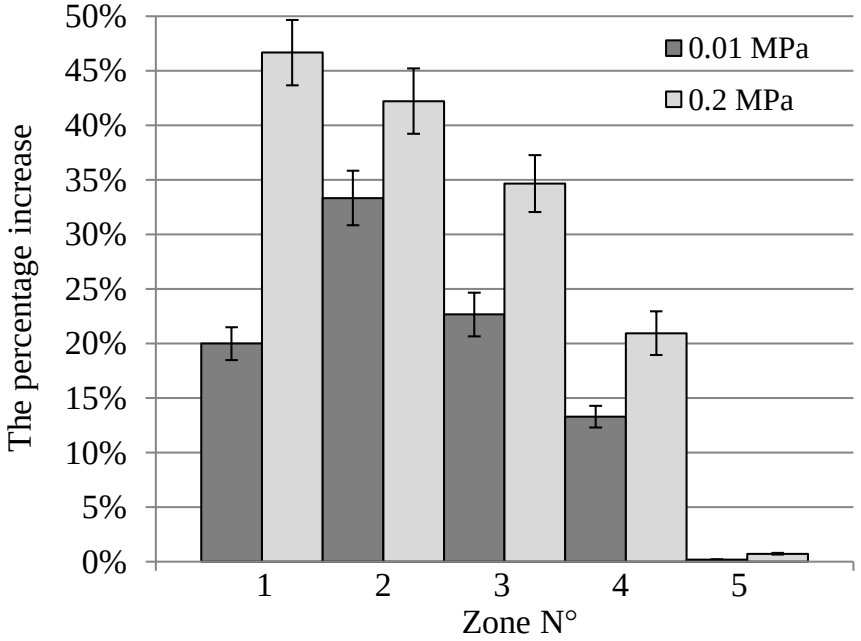
(b)

Figure 6-45: Protocole de mesure des surfaces locales pour un emboutissage hémisphérique

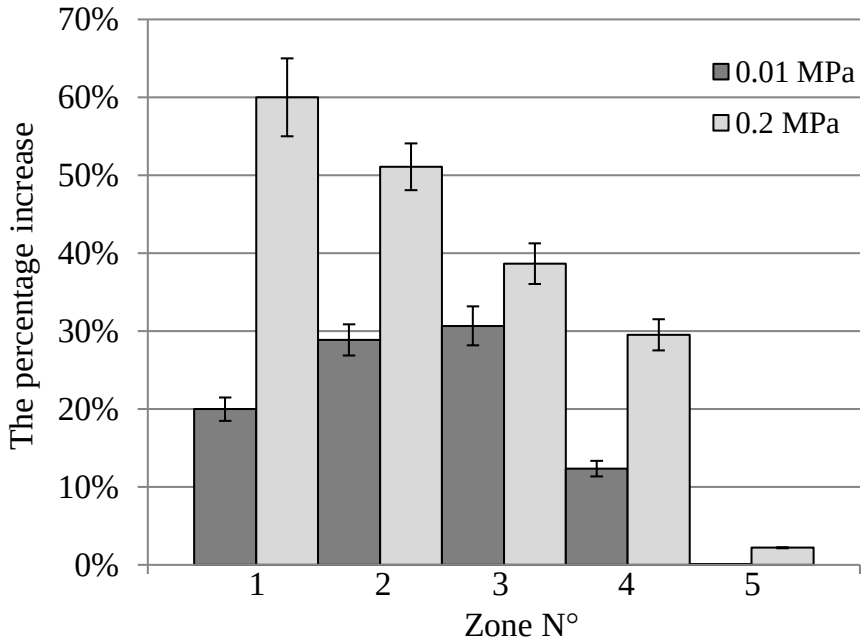
La **Figure 6-46** présente l'augmentation de la surface de chaque zone pour le renfort NT1-300 après un emboutissage hémisphérique avec les deux pressions de serre-flan et selon les deux directions 0/90° et ± 45°. L'évolution des surfaces de ces zones est identique quelle que soit l'orientation initiale. On rappelle que la zone 1 est celle du haut de l'hémisphère. Avec une faible pression de 0,01 MPa, l'évolution des surfaces à partir du haut de l'hémisphère montre une augmentation suivie d'une diminution lorsqu'on se rapproche de la base de l'hémisphère. Les zones les plus proches du serre-flan, qui constituent la base de la zone utile, ont de faibles augmentations de surface ainsi la zone 5 voit sa surface inchangée.

Plus la pression serre-flan est élevée plus la variation de surface de chacune des zones est importante. Pour les orientations à 0/90° soumises à une forte pression de serre-flan (0,2 MPa), l'évolution des surfaces spécifiques diminue presque linéairement à partir du haut vers la base de l'hémisphère. La zone supérieure (zone 1) présente l'augmentation de surface la plus élevée proche de 47%. Ces mesures confirment donc la forte hétérogénéité de la densité locale de chaque zone dont l'évolution dépend de la pression appliquée et de l'orientation du renfort. Concernant la direction ± 45°, une évolution similaire est observée avec de plus fortes augmentations des surfaces atteignant un maximum de 60% pour une pression de 0,2 MPa. Ainsi, en comparaison avec la direction 0/90°, l'orientation à ± 45° est plus affectée par l'augmentation de la surface pour une même pression appliquée.

© 2017 Tous droits réservés.



(a) NT1-300, 0/90°



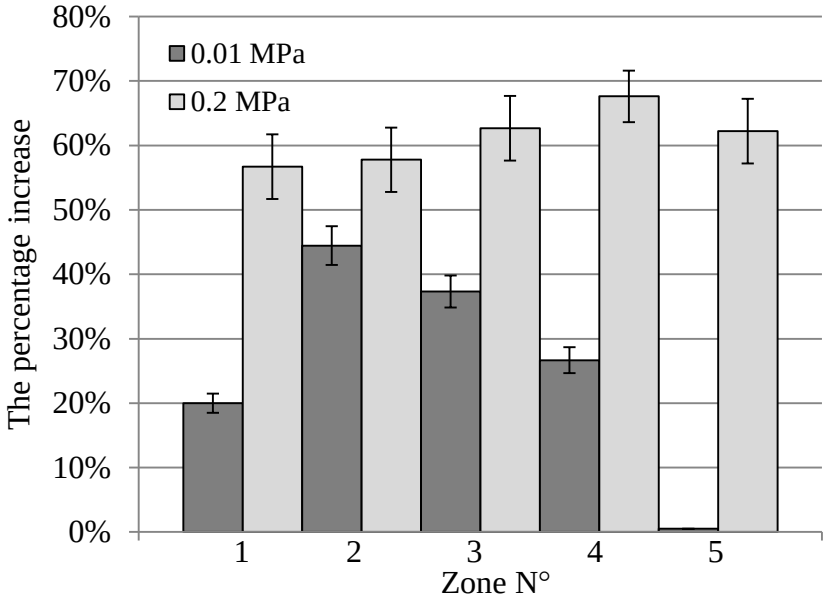
(b) NT1-300, ±45°

Figure 6-46: Augmentation en pourcentage de la surface locale de chaque zone pour un non tissé NT1-300 embouti

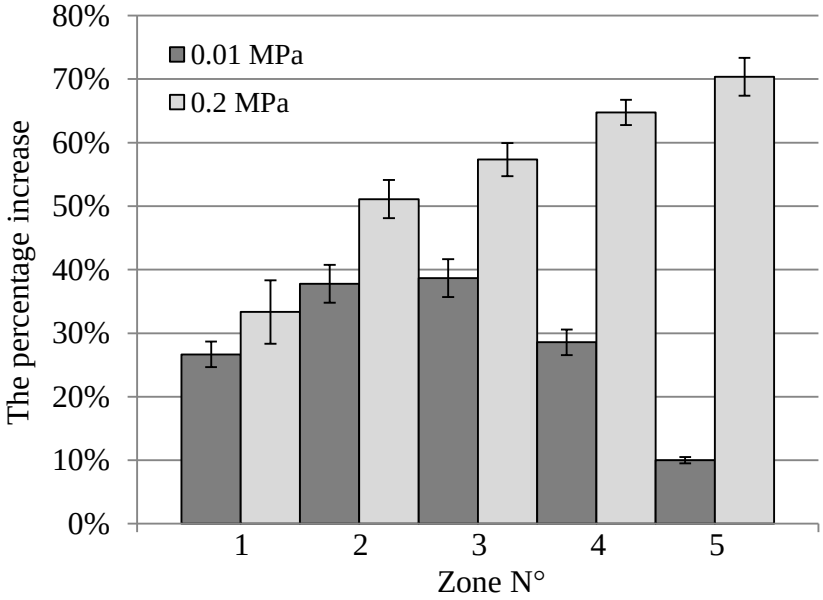
L'évolution des surfaces locales pour le NT2-450 lors de l'emboutissage hémisphérique avec les deux pressions considérées, est représentée sur la **Figure 6-47**, pour les deux orientations. Pour la pression serre-flan de 0,01 MPa, en comparaison avec les résultats du NT1-300, la même évolution des surfaces entre les zones, est constatée, et ce pour les deux orientations. En revanche, les ratios d'augmentation sont plus importants pouvant atteindre 45%, soit 10% de plus que le NT1-300. Avec une forte pression de serre-flan, les non tissés NT2-450 présentent un comportement plus homogène avec une variation des surfaces locales quasiment similaire pour toutes les zones, selon l'orientation 0/90°. Les ratios d'augmentation de la surface sont globalement plus élevés que le NT1-300 (jusqu'à

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

70%) et les zones proches de la base de l'hémisphère (zones 4 et 5) présentent une augmentation significative de leurs surfaces contrairement aux résultats trouvés pour le NT1-300. Ce phénomène peut être expliqué par une plus grande densité du non tissé donc une quantité plus importante de fibres liées mécaniquement entre elle, ce qui permet une meilleure répartition des forces dans la structure en limitant les concentrations locales. Pour l'orientation ± 45°, à forte pression, on peut constater un phénomène inverse de celui du NT1-300, soit une augmentation quasi-linéaire entre les zones du sommet à la base de l'hémisphère. La répartition de la densité de matière dans chaque zone du non-tissé dépend bien des orientations matérielles initiales.



(a) NT2-450, 0/90°



(b) NT2-450, ±45°

Figure 6-47: Augmentation en pourcentage de la surface locale de chaque zone pour un non tissé NT2-450 embouti

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

- *Poinçon boite carrée*

Les zones déformées après l'emboutissage boite carrée sont illustrées sur les **Figure 6-48** et **Figure 6-49**. En prenant en compte les positions initiales, seules les zones 1 et 2 restent sur la face supérieure de la boite carrée et leurs surfaces peuvent être mesurées directement. En effet, les zones 1 et 2 initialement carrées, afin d'adapter la forme du poinçon, ne gardent pas complètement cette géométrie et des zones rectangulaires peuvent être observées à la **Figure 6-48** pour la direction 0/90° et la **Figure 6-49** pour la direction ±45° même si ce phénomène n'est pas très marqué.

Ainsi, l'anistropie du comportement du non tissé est aussi présent à ce niveau de sollicitation. Les zones 3 et 4 du non tissé embouti se trouvent respectivement à l'interface entre la face supérieure (zone 3) et sur la face latérale (zone 4). Il est donc difficile de mesurer de manière précise l'évolution de leurs surfaces. Notre étude se limitera donc aux zones 1 et 2. Le **Tableau 6-8** présente les pourcentages d'augmentation de la surface des zones embouties, pour les deux orientations et pressions appliquées des deux renforts NT1-300 et NT2-450. Les mesures n'ont pas été réalisées pour l'emboutissage du non tissé NT1-300 avec une pression serre-flan de 0,2 MPa à cause du fort endommagement de la structure ainsi que le glissement des fibres des zones fortement sollicitées.

A conditions d'essais équivalentes (orientation, pression appliquée), le ratio d'augmentation de la surface de chaque zone est plus important pour le non tissé NT1-300 par rapport au NT2-450 dépassant même 80% avec une faible pression de 0,01 MPa. Dans les deux zones concernées sur la face supérieure, pour chaque renfort et à même pression, notons un ratio d'accroissement de surface assez homogène. Pour le renfort NT2-450 l'augmentation de la pression appliquée conduit, comme pour l'emboutissage hémisphérique, à une augmentation de l'accroissement de surface, supérieure à 100% (jusqu'à 111% pour la zone 1 et pour l'orientation 0/90°). Ainsi, l'expansion de la surface est proportionnelle à la pression du serre-flan et est supérieure aux valeurs mesurées avec le poinçon hémisphérique. Ceci est du aux fortes sollicitations globales excercées avec la géométrie complexe du poinçon boite carrée (**Tableau 6-8**).

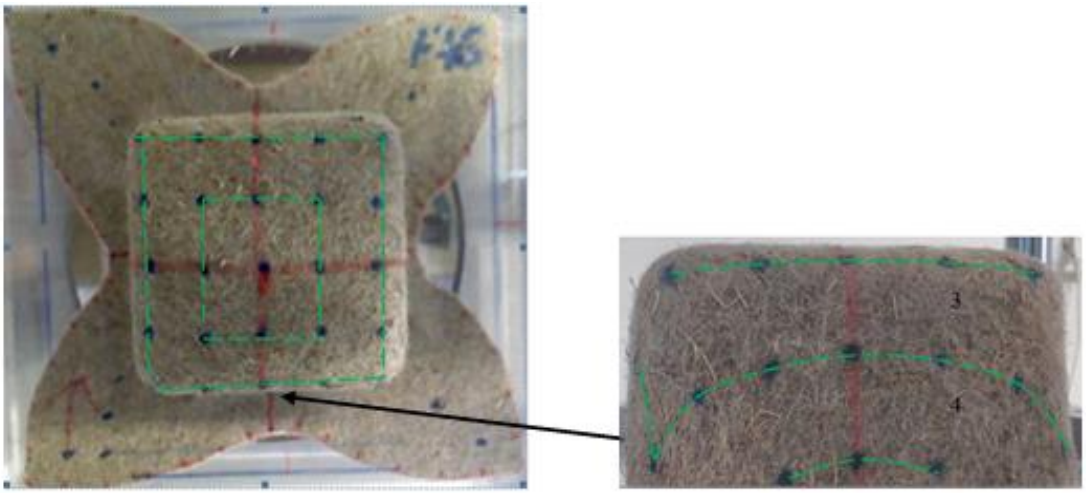


Figure 6-48: Zones de déformation après un emboutissage boite carrée (exemple du NT2-450 0/90°)

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

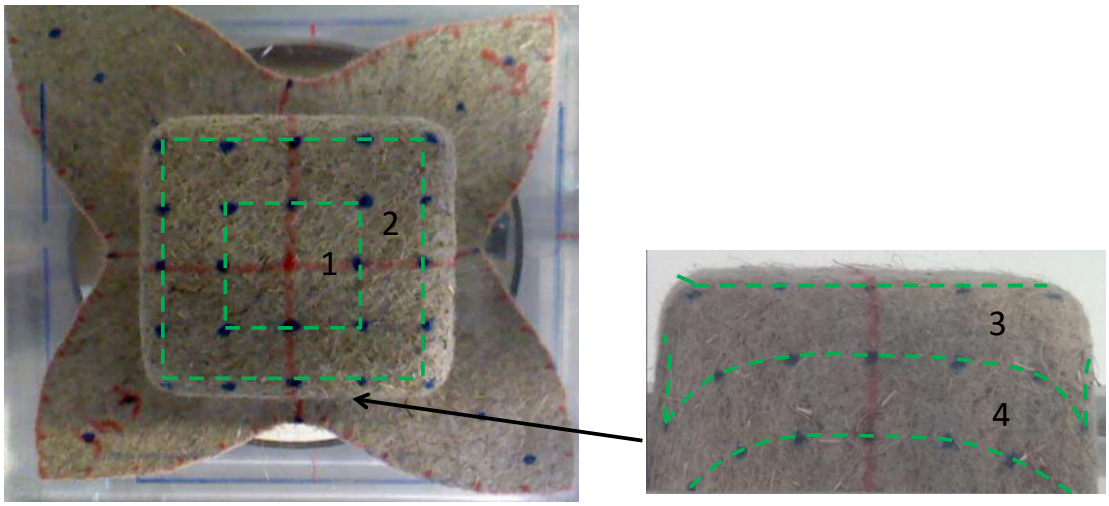


Figure 6-49: Zones de déformation après un emboutissage boite carrée (exemple du NT2-450 ± 45°)

Tableau 6-8. Taux d'augmentation de la densité surfacique sur les zones 1 et 2

Renfort	Pression du serre-flan (MPa)	Taux d'augmentation de la densité surfacique	
		Zone 1	Zone 2
NT1-300 0/90°	0,01	82 ± 3 %	83 ± 5 %
	0,2	Endommagement du réseau	
NT1-300 ±45°	0,01	81 ± 6 %	80 ± 7 %
	0,2	Endommagement du réseau	
NT2-450 0/90°	0,01	79 ± 3 %	75 ± 5 %
	0,2	111 ± 3 %	102 ± 4 %
NT2-450 ±45°	0,01	66 ± 4 %	72 ± 3 %
	0,2	98 ± 5 %	89 ± 6 %

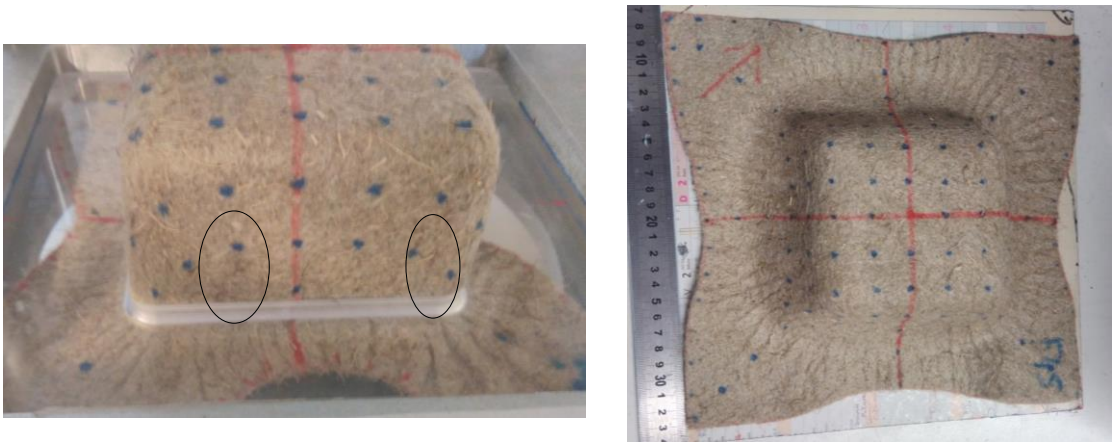
v. Défauts observés

- *Plissement*

Le plissement est un défaut couramment observé dans les essais d'emboutissage des renforts tissés [75,80-82]. Boisse et al. [75] ont souligné que le plissement est un phénomène global qui dépend du type de déformations (traction, cisaillement plan), du comportement du renfort, du nombre de couches concernées et également des pressions serre-flan exercées. Le pli se concrétise par un phénomène hors du plan des renforts alignés issu d'un fort taux de cisaillement lorsqu'ils sont préformés avec des poinçons de géométrie complexe [80,82].

Dans le cas des non-tissés, en fibres pas forcément alignés, la notion de cisaillement plan, due à la rotation des fils et mèches ne peut être considérée. Par contre, comme illustré à la **Figure 6-50** dans le cas du non tissé NT2-450 avec une pression de 0,01 MPa, des plis apparaissent non seulement dans les zones positionnées sous le serre-flan mais également sur les faces latérales, dans la zone utile de l'embouti.

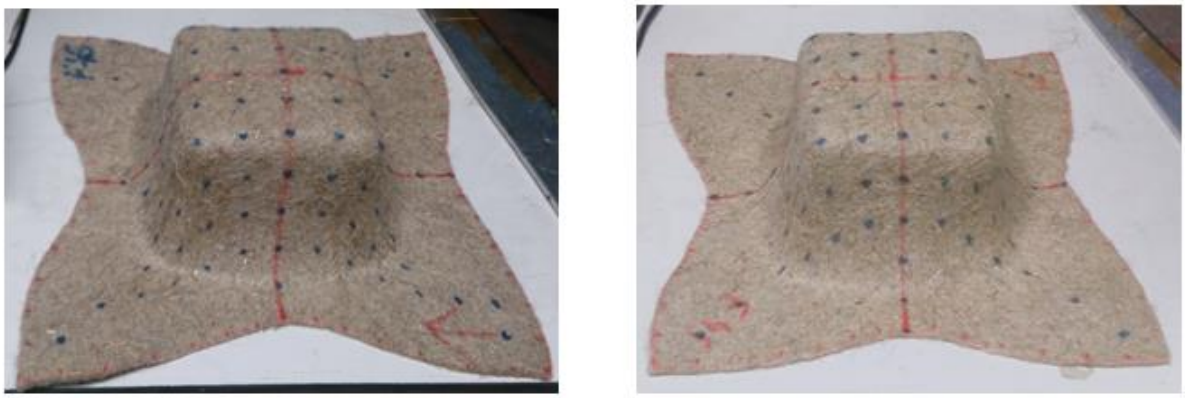
© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr



(a) direction 0/90° (b) direction ±45°

Figure 6-50: Plissement d'un renfort non tissé (NT2-450 à 0,01 MPa, boite carrée)

Durant l'emboutissage, le matériau est soumis à des efforts de traction provenant de la pression exercée par le serre-flan et le déplacement du poinçon. Par conséquent, quand une faible pression est appliquée, les efforts sont trop faibles pour éviter la formation des plis. Cependant, à partir d'une certaine valeur d'effort, le phénomène de plissement disparait. C'est le cas pour l'emboutissage réalisé avec une pression de serre-flan de 0,2 MPa (voir **Figure 6-51**). Comme montré dans le préformage de renfort à fibres alignées, l'augmentation de la pression serre-flan tend à résorber les phénomènes de plis.



(a) direction 0/90° (b) direction ±45°

Figure 6-51: Disparition du plissement avec une forte pression de serre-flan (NT2-450 à 0,2 MPa, boite carrée)

- *Glissement / Endommagement du réseau fibreux*

Dans les zones où le renfort présente une très faible densité des fibres, un autre défaut peut être observé. Il se caractérise par l'endommagement du réseau fibreux avec le manque ou l'absence de fibres. La **Figure 6-52** démontre ce type de défaut dans le cas du non tissé NT1-300 avec une pression élevée de 0,2 MPa pour les deux géométries de poinçon. La **Figure 6-52**(a) illustre, dans le cas de l'emboutissage hémisphérique, que l'inhomogénéité de la densité fibreuse conduit localement à de très faibles taux de fibres au point de voir en transparence le poinçon.

Concernant l'emboutissage avec la boite carrée les **Figure 6-52**(b) et **Figure 6-52**(c) illustrent la dissociation complète des fibres et la perte d'intégrité du non tissé NT1-300. Ce phénomène qui s'inscrit dans la continuité de l'endommagement précédemment décrit

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

intervient lorsque le non-tissé, ici de faible masse surfacique initiale, est assujetti à des efforts importants, d'une part par la pression appliquée mais également par la complexité de la forme à réaliser. Le déchirement du non-tissé conduit à la conclusion qu'il n'est pas possible de réaliser sans défaut cette préforme, avec ce type de renfort, contrairement au NT2-450 de masse surfacique plus élevée. Pour définir un critère d'emboutissabilité associé à ce type de défaut, les mesures de suivi de densités locales, au cours du procédé peuvent être un outil de détection.

(a) NT1-300, 0/90°

(b) NT1-300, 0/90

(c) NT1-300, ±45°

Figure 6-52: Glissement et endommagement d'un non tissé embouti (exemple NT1-300)

6.7 Perspectives

Ce chapitre s'est principalement concentré sur la caractérisation mécanique des renforts non tissés par des essais de traction, de flexion et d'emboutissage. Une caractérisation complémentaire en cisaillement plan, ou plus généralement dans d'autres directions que les principales, nous paraît très intéressante à réaliser dans le but d'approfondir l'étude sur l'anisotropie de la structure non tissé. En outre, les essais d'emboutissage ont été réalisés pour les non tissés de masse surfacique de 300 et 450 g/m^2. En utilisant la gamme de renforts disponibles, la mise en forme des non tissés de NT4-600BFC, NT5-600LTD et NT6-1000BFC sera complétée pour étudier l'influence du grammage ainsi que le réglage de l'aiguilletage (BFC et LTD) sur la déformabilité du renfort.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

De plus, une caractérisation à l'échelle composite est nécessaire afin de compléter notre approche multi-échelle. Nous avons surtout choisi d'approfondir l'étude du non tissé sous forme sèche étant donné le comportement de cette structure très complexe et peu étudiée. Néanmoins, la réalisation et la caractérisation à l'échelle composite restent nécessaires pour vérifier les résultats une fois la structure imprégnée. Dans la littérature, il existe plusieurs études sur le comportement du composite non tissé en fibres de lin et consolidé par aiguilletage [44,83,84]. A l'échelle composite, Shah [48] a relevé un comportement non linéaire de la réponse mécanique de la contrainte en fonction de la déformation en traction. De même, Bensadoun et al. [85] ont défini deux modules tangents des composite en traction. Pour un non tissé de lin/ époxy de 300 $g.m^{-2}$ et avec un taux volumique de fibres de 30%, ils retrouvent une contrainte de 84 MPa pour une déformation à rupture de 1,49%, un premier module de 7,3 GPa suivi par une deuxième de 5,6 GPa. Ceci confirme la diminution de la rigidité traduite par l'adoucissement de la contrainte. Pour les composites thermoplastiques. Miao et al. [44] ont testé un composite lin/PP renforcé avec un non tissé aiguilleté et à fibres cardées. Ils présentent, pour un taux volumique de fibres de 28,5%, un composite de résistance mécanique entre 33-88 MPa et un module de 2,73-5 GPa selon la direction de sollicitation. Par ailleurs des essais de flexion peuvent compléter l'étude sur comportement mécanique du composite non tissé.

6.8 Conclusions

Les renforts non tissés sont de plus en plus utilisés dans des applications techniques telles que le domaine des composites pour leur qualité de déformabilité, le faible coût de production et l'orientation aléatoire des fibres. Suivant la politique globale de réduction de la pollution, les renforts non tissés sont aussi impactés par l'émergence des fibres naturelles dans le monde industriel. Plusieurs travaux ont analysé les propriétés des renforts composites en fibres naturelles, notamment les renforts tissus, avec des caractérisations mécaniques et une étude du comportement au préformage. Néanmoins, la caractérisation complète des renforts non tissés et l'influence des paramètres de fabrication demeurent très faiblement traités.

Dans cette étude, nous avons étudié les propriétés de plusieurs lots de non tissés en fibres de lin en faisant varier la masse surfacique et le paramètre d'aiguilletage. Des caractérisations métrologiques et mécaniques (traction et flexion) sont réalisées suivies ensuite d'essais d'emboutissage afin d'étudier la déformabilité sous fortes sollicitations. Les résultats en traction, en flexion et en emboutissage montrent que le comportement de ce type de structure est très différent des résultats des tissus et tresses à cause de la non homogénéité de la matière. Pour cette raison, une analyse locale est proposée en traction et en emboutissage afin d'approfondir et de compléter l'analyse globale. L'étude du comportement mécanique des non tissés met en évidence l'anisotropie de la structure avec la direction transversale CD comme direction préférentielle des fibres. Dans cette direction, la résistance maximale est très importante contrairement à la direction machine où le taux de déformation est nettement plus élevé.

Ensuite, une approche expérimentale de la déformabilité des non tissés en fibres de lin est réalisée sur un dispositif de préformage. L'emboutissage est réalisé avec des géométries à double courbure comme le poinçon hémisphérique et complexe comme la boite carrée. L'anisotropie des propriétés mécaniques des renforts non tissés conduit à un comportement en traction différent entre les directions principales MD et CD et une hétérogénéité de chaque zone locale lors du test de traction. Cette propriété a un fort impact sur le comportement du non tissé lors du préformage. En effet, lors de l'emboutissage, la

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

déformabilité est différente dans les deux directions (MD et CD) et dans les directions biaxiales ± 45°. La densité surfacique du non tissé et la pression du serre-flan ont un rôle important dans la drapabilité du non tissé. Pour caractériser ces paramètres, la variation de la surface de zones locales définies par un marquage est mesurée pour différentes pressions de serre-flan, deux géométries du poinçon et différentes masses surfaciques des échantillons non tissés. L'un des premiers paramètres étudiés est l'avalement qui peut être observé tout particulièrement avec des non tissés soumis à une faible pression de serre-flan. En revanche, contrairement aux renforts tissés, il existe beaucoup de mouvements relatifs des fibres dans la structure du non tissé. Pour cette raison, quand un non tissé de faible densité surfacique est soumis à une forte tension dans le plan due à une pression serre-flan importante, le glissement des fibres dans la structure du non tissé est très visible arrivant dans certains cas à un endommagement irréversible et complet de la structure. Le glissement ou l'endommagement du non tissé peuvent être considérés comme le principal défaut pour le préformage de cette structure. Ainsi, l'endommagement du réseau est un problème typique lors de la mise en forme du non tissé, qui dépend fortement de la densité surfacique du renfort et de la pression du poinçon d'emboutissage. De plus, nous avons remarqué que la non homogénéité du non tissé peut conduire à une amélioration dans son comportement en emboutissage lorsque ce dernier possède une densité surfacique suffisamment élevée. Il serait par ailleurs important de développer aussi la modélisation numérique et la simulation de l'emboutissage des renforts non tissés pour prédire les conditions réalisables de préformage.

Références

[1] J. PAYEN. «Matériaux non-tissés». Techniques de l'ingénieur N4602, 10 février 2013

[2] Facts and figures, (n.d). http://www.edana.org/discover-nonwovens/facts-and-figures

[3] ISO 9092 : Textiles -Nontissés –Définition, 2011

[4] D. Das. «Introduction to composite nonwovens». Composite Non-Woven Materials Structure, Properties and Applications, Woodhead Publishing Series in Textiles, pp.1–19, 2014

[5] W. Albrecht, H. Fuchs, W. Kittelmann. «Nonwoven Fabrics: Raw Materials, Manufacture, Applications, Characteristics, Testing Processes». Printed 2003

[6] M.I. Misnon, Md M. Islam, J. A. Epaarachchi, K.T.Lau. «Potentiality of utilising natural textile materials for engineering composites applications». Materials & Design, Vol.59, pp.359–368, 2014

[7] D. Weidmann. «Technologies des textiles : De la fibre à l'article». 2e édition, Dunod, Paris, 2012

[8] Formation, (n.d). http://www.edana.org/discover-nonwovens/how-they%27re-made/formation

[9] G. Coste- EFPG/IRFIP (29 Juin 2004). Les non tissés : III - La fabrication des non tissés. http://cerig.pagora.grenoble-inp.fr/tutoriel/non-tisse/page03.htm

[10] F. Roussière, C. Baley, G. Godard, D. Burr. «Compressive and tensile behaviours of PLLA matrix composites reinforced with randomly dispersed flax fibres». Applied Composite Materials, Vol.19, pp.171-188, 2012

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[11] S. Russell. «Handbook of nonwovens». Woodhead Publishing, 2006

[12] M. Miao. « An experimental study of the needled nonwoven process. Part II: fiber transport by barbed needles ». Textile Research Journal, Vol.74, pp. 394–398, 2004

[13] M. Miao, H.E. Glassey, M. Rastogi. « An experimental study of the needled nonwoven process. Part III: fiber damage due to needling». Textile Research Journal, Vol.74, pp. 485–490, 2004

[14] A.N. Roy, P. Ray. «Optimization of Jute Needle-Punched Nonwoven Fabric Properties: Part I—Tensile Properties». Journal of Natural Fibers,Vol.6(3), pp.221-235, 2009

[15] A.N. Roy, P. Ray. «Optimization of Jute Needle-Punched Nonwoven Fabric Properties: Part II— Some Mechanical and Functional Properties ». Journal of Natural Fibers, Vol.6(4), pp. 303-318, 2009

[16] J.H. Lin, J.C. Hsieh et al. «Effects of needle punching and hot pressing on mechanical properties of composite geotextiles». Journal of Industrial textiles, Available on line June 14, 2016, DOI: https://doi.org/10.1177/1528083716654467

[17] S. Ghosh, L. Chapman. « Effects of fiber blends and needling parameters on needlepunched moldable nonwoven fabric ». The Journal of The textile Institue, Vol.93, pp. 75–87, 2002

[18] D. Das, A.K. Pradhan, et al. «Composite Nonwovens». Textile Progress, Vol.44(1), pp.1-84, 2012

[19] N.G. Andre, D. Ariawan, Z.A. Mohd Ishak. «Mechanical properties and micromechanical analysis of nonwoven kenaf fibre/epoxy composites produced by resin transfer moulding». Journal of composite Materials, Published on line August 22,2016, https://doi.org/10.1177/0892705716644669

[20] Bonding,(n.d).http://www.edana.org/discover-nonwovens/how-they%27re-made/bonding

[21] Manufacturing (Textile Inovation Knowledge Platform. http://www.tikp.co.uk/knowledge/technology/nonwovens/under-construction/

[22] G. Coste- EFPG/IRFIP (29 Juin 2004). Les non tissés : IV - La consolidation, la finition et la transformation. http://cerig.pagora.grenoble-inp.fr/tutoriel/non-tisse/page04.htm

[23] N. Mao, S.J. Russel. « A framework for determining the bonding intensuty in hydroentangled nonwoven fabrics». Composites Science and Technology, Vol.66, pp.80–91, 2006

[24] D.U. Shah. « Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts». Materials & Design, Vol.62, pp.21-31, 2014

[25] P.A. Smith. «Technical fabric structures –3. Nonwoven fabrics». In: Horrocks AR, Anand SC, editors. Handbook of Technical Textiles. The Textile Institute, North and South America: Woodhead Publishing Limited, 2000

[26] N. Dissanayake, J. Summerscales, S. Grove, M. Singh. «Life cycle impact assessment of flax fibre for the reinforcement of composites». Journal of Biobased Materials and Bioenergy, Vol.3, pp.245–8, 2009

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[27] G. Thilagavathi, E. Pradeep, T. Kannaian, L. Sasikala. «Development of Natural Fiber - Nonwovens for Application as Car Interiors for Noise Control». Journal of Industrial Textiles, Vol. 39(3), pp.267-277, 2010

[28] S. Vasile, L. Van Langenhove «Automotive Industry – A High Potential Market for Nonwovens Sound Insulation». Journal of Textile and Apparel, Technology and Management, Vol.3(4), pp.1–5, 2004

[29] E. Fages, M.A. Cano, S. Girones, T. Boronat, O. Fenollar, R. Balart. «The use of wet-laid techniques to obtain flax nonwovens with different thermoplastic binding fibers for technical insulation applications». Textile Research Journal, Vol.83(4), pp.426–437, 2013

[30] N. El Hajj, B. Mboumba-Mamboundou, R.M. Dheilly et al. « Development of thermal insulating and sound absorbing agro-sourced materials from auto linked flax tows». Industrial Crops and Products, Vol.34, pp.921–928, 2011

[31] M. Tascan, E.A. Vaughn, K.A. Stevens et al. « Effects of total surface area and fabric density on the acoustical behavior of traditional thermal-bonded highloft nonwoven fabrics». Journal of Textile Institute, Vol.102, pp.746–751, 2011

[32] C. Vigneswaran, K. Chandrasekaran, P. Senthilkumar. « Effect of thermal conductivity behavior of jute/cotton blended knitted fabrics». Journal of Industrial Textiles, Vol. 38, pp.289–307, 2009

[33] F. Martinez-Hergueta, A. Ridruejo, C. Gonzalez, J. Llorca. « Numerical simulation of the ballistic response of needle-punched nonwoven fabrics». International Journal of Solids and Structures, Vol.106-107, pp.56–67, 2017

[34] F. Martínez-Hergueta, A. Ridruejo, F. Gálvez, C. González, J. LLorca. « Influence of fiber orientation on the ballistic performance of needlepunched nonwoven fabrics». Mechanics of Materials, Vol.94, pp.106–116, 2016

[35] V. Soukupova, L. Boguslavsky et R.D. Anandjiwala. «Studies on the properties of biodegradable wipes made by the hydroentanglement bonding technique». Textile Research Journal , Vol.77, pp.301–311, 2007

[36] F. Farukh, E. Demirci, B. Sabuncuoglu, M. Acar, B. Pourdeyhimi, V.V. Silberschmidt. « Mechanical behaviour of nonwovens: Analysis of effect of manufacturing parameters with parametric computational model». Computational Materials Science. DOI: 10.1016/j.commatsci.2013.12.040.

[37] F. Farukh, E. Demirci, B. Sabuncuoglu, M. Acar, B. Pourdeyhimi, V.V. Silberschmidt. « Mechanical analysis of bi-component-fibre nonwovens: Finite-element strategy». Composites Part B, Vol.68, pp.327–335, 2015

[38] S. Mukhopadhyay. «Natural and synthetic fibres for composite nonwovens». Composite Non-Woven Materials Structure, Properties and Applications, Woodhead Publishing Series in Textiles, pp.20–29, 2014

[39] Automotive, (n.d). http://www.edana.org/discover-nonwovens/products-applications/automotive

[40] J. Merotte, A. Le Duigou, A. Bourmaud et al. «Mechanical and acoustic behaviour of porosity controlled randomly dispersed flax/PP biocomposite». Polymer testing, Vol.51, 174-180, 2016

© 2017 Tous droits réservés.

[41] N. Martin, P. Davies, C. Baley. «Evaluation of the potential of three non-woven flax fiber reinforcements: Spunlaced, Needlepunched and paper process mats». Industrial Crops and Products, Vol.83, pp.194–205, 2016

[42] Etablissements ECOTECHNILIN http://www.eco-technilin.com/

[43] Source (Ecotechnilin). http://www.eco-technilin.com/activity-process.asp

[44] M. Miao, M. Shan. « Highly aligned flax/polypropylene nonwoven preforms for thermoplastic composites». Composites Science and Technology, Vol.71, pp.1713–1718, 2011

[45] B. Pourdeyhimi, R. Dent, A. Jerbi, S. Tanaka, A. Deshpande. « Measuring fiber orientation in nonwovens Part V: Real Webs». Textile Research Journal, Vol.69, pp.185–192, 1999

[46] J.W.S Hearle, P.J. Stevenson. « Nonwoven fabric studies: Part III: The anistropy of nonwoven fabrics». Textile Research Journal, Vol.33, pp.877–888, 1963

[47] B.E. Thirlwell, L.R.G Treloar. « Nonwoven fabrics. Part VI: Dimensional and mechanical anisotropy». Textile Research Journal, Vol.35, pp.827–835, 1965

[48] D.U. Shah, P.J. Schubel et al. « The tensile behavior of off-axis loaded plant fiber composites: An insight on the nonlinear stress–strain response». Polymer Composites, Vol.33(9), pp.1494-1504, 2012

[49] ISO 139 : Textiles — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai, 2005

[50] S. Kawabata. «The Standardization and Analysis of Hand Evaluation». Osaka: The Textile Machinery Society of Japan, 1986

[51] T.J. Lahey et G.R. Heppler. «Mechanical Modeling of Fabrics in Bending». Journal of Applied Mechanics, Vol.71, pp.32-40, 2004

[52] E. De Bilbao, D. Soulat, G. Hivet et A. Gasser. «Experimental Study of Bending Behaviour of Reinforcements». Experimental Mechanics, Vol. 50, pp.333–351, 2010

[53] NF EN ISO 9073-7 : Textiles - Méthodes d'essai pour non-tissés - Partie 7 : détermination de la longueur de flexion, 1998

[54] NF EN ISO 5084 : Textiles - Détermination de l'épaisseur des textiles et produits textiles, 1996

[55] NF EN 29073-1: Textiles - Méthodes d'essai pour nontissés - Partie 1 : détermination de la masse surfacique, 1992

[56] NF EN ISO 9073-15: Textiles - Méthodes d'essai pour nontissés - Partie 15 : détermination de la perméabilité à l'air, 2008

[57] NF EN 29073-3 : Textiles - Méthodes d'essai pour nontissés - Partie 3 : détermination de la résistance à la traction et de l'allongement, 1992

[58] A.C. Long. « Composites forming technologies». New York, NY: CRC Press, 2007

[59] K. Christos. « Design and analysis of composite structures: with application to aerospace structures». New York, NY: Wiley, 2010

[60] F. Campbell. « Manufacturing technology for aerospace structural materials». Lavoisiers: Elsevier, 2006

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[61] B. Zhu, T.X. Yu, H. Zhang, X.M. Tao. «Experimental investigation of formability of commingled woven composite preform in stamping operation». Composites Part B, Vol.42, pp.289–95, 2011

[62] M.A. Khan, T. Mabrouke, E. Vidal-Sallé, P. Boisse. «Numerical and experimental analyses of woven composite renforcement forming using ahypoelastic behaviour. Application to the double dome benchmark». Journal of Materials Processing Technology, Vol.210, pp.378- 88, 2011

[63] H. Yin, X. Peng, T. Du, Z. Guo. «Draping of plain woven carbon fabrics over a double curvature mold». Composite Science and Technology, Vol.92, pp.64–9, 2014

[64] S.P. Haanappel, R.H.W. ten Thije, U. Sachs, B. Rietman, R. Akkerman. «Formability analyses of uni-directional and textile reinforced thermoplastics». Composites Part A, Vol.56, pp.80– 92, 2014

[65] S. Bel, N. Hamila, P. Boisse et al. «Finite element model for NCF composite reinforcement preforming: Importance of inter-ply sliding». Composites Part A, Vol.43, pp.2269–2277, 2012

[66] M. Duhovic, P. Mitschang, D. Bhattacharyya. «Modelling approach for the prediction of stitch in-fluence during woven fabric draping». Composites Part A, Vol.42(8), pp.968–78, 2011

[67] J. Lee, S. Hong, W. Yu, T. Kang. « The effect of blank holder force on the stamp forming behavior of non-crimp fabric with a chain stitch». Composite Science and Technology, Vol.67, pp.357–66, 2007

[68] S. Allaoui, C. Cellard, G. Hivet. «Effect of inter-ply sliding on the quality of multilayer interlock dry fabric preforms». Composites Part A, Vol.68, pp.336–45, 2015

[69] C. Dufour, P. Wang, F. Boussu, et al. « Experimental investigation about stamping behavior of 3D warp interlock composite preforms». Applied Composite Materials, Vol.21, pp.725–738, 2014

[70] K.X. Li et S.L. Bai. « Sheet forming of the multi-layered biaxial weft knitted fabric reinforcement. Part I: On hemispherical surfaces». Composite Science and Technology Vol.40(6–7), pp.766–777, 2009

[71] P.B. Jacquot, P. Wang, D. Soulat, X. Legrand. « Analysis of the preforming behaviour of the braided and woven flax/polyamide fabrics». Journal of Industrial Textiles, Vol.46, pp.698-718, 2016

[72] F. Zhang, S. Comas-Cardona, C. «Binetruy, Statistical modeling of in-plane permeability of non-woven random fibrous reinforcement». Composite Science and Technology, Vol.72, pp.1368–1379, 2012

[73] D. Xue, M. Miao. «Influences of moisture absorption and chemical treatments on the resin flow characteristics of natural fibre nonwoven mats». The Journal of Textile Institute, Vol.103(9), pp.1024-1030, 2012

[74] D. Xue, M. Miao, H. Hu. «Permeability anisotropy of flax nonwoven mats in vacuum-assisted resin transfer molding». The Journal of Textile Institute, Vol.102(7), pp.612-620, 2011

[75] P. Boisse, N. Hamila, E. Vidal-Sallé, F. Dumont. « Simulation of wrinkling during textile composite reinforcement forming. Influence of tensile in-plane shear and bending stiffnesses». Composite Science and Technology, Vol.71(5), pp.683–92, 2011

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

[76] A.G. Prodromou, J. Chen. «On the relationship between shear angle and wrinkling of textile composite preforms». Composites Part A, Vol.28, pp.491–503, 2009

[77] E. Syerko, S. Comas-Cardona, C. Binetruy. «Models for shear properties/behavior of dry fibrous materials at various scales: a review». International Journal of Material Forming, Vol.8, pp.1–23, 2015

[78] P. Boisse, N. Hamila, A.Madeo. «Analysis of Defect Developments in Composite Forming. Chap.12 of The Structural Integrity of Carbon Fiber Composites». P.W.R Beaumont, C. Soutis Eds. Springer International Publishing, 2017.

[79] W. Najjar. « Contribution à la simulation de l'emboutissage de préformes textiles pour applications composites».Thèse, ENSAM, 2012.

[80] S. Allaoui, G. Hivet, D. Soulat, A. Wendling, P. Ouagne, S. Chatel. «Experimental preforming of highly double curved shapes with a case corner using an interlock reinforcement». International Journal of Material Forming, Vol.7(2), pp.155-65, 2014

[81] P. Wang, N. Hamila, P. Boisse. «Thermoforming simulation of multilayer composites with continuous fibres and thermoplastic matrix». Composites Part B, Vol.52, pp.127-36, 2013

[82] P. Wang, X. Legrand, P. Boisse, N. Hamila, D. Soulat. «Experimental and numerical analyses of manufacturing process of a composite square box part: Comparison between textile reinforcement forming and surface 3D weaving». Composites Part B, Vol.78, pp.26-34, 2015

[83] S.K. Garkhail, R.W.H. Heijenrath, T. Peijs. « Mechanical properties of natural-fibre-mat- reinforced thermoplastics based on flax fibres and polypropylene». Applied Composite Materials, Vol.7, pp.351-372, 2000

[84] K. Oksman. « Mechanical properties of natural fibre mat reinforced thermoplastic». Applied Composite Materials, Vol.7, pp.403-414, 2000

[85] F. Bensadoun, K.A.M. Vallons et al. «Fatigue behaviour assessment of flax–epoxy composites». Composites Part A, Vol.82, pp.253-66, 2016

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

7 CONCLUSIONS & PERSPECTIVES

De nombreuses études ont montré le fort potentiel des fibres de lin pour les applications techniques. Ces fibres s'inscrivent comme des alternatives écologiques aux composites renforcés par les fibres de verre. De même, de nombreux travaux sont menés pour traiter les problématiques liées à l'emploi des fibres naturelles. Les propriétés mécaniques aux échelles fibre et composite sont largement étudiées mais l'analyse aux échelles intermédiaires est plus rare. L'objectif de notre étude a été d'analyser et contrôler les propriétés des renforts en fibres de lin afin de répondre aux demandes industrielles des composites à hautes performances. Pour ce faire, une démarche multi-échelle a été adoptée avec une caractérisation des produits aux différentes étapes de la chaine de production du fil, au tissu et composite. L'étude de l'impact réel de chaque paramètre permettra ainsi la maitrise et l'optimisation des procédés de fabrication pour les applications techniques et d'assurer la conformité du produit final.

A **l'échelle fil**, différents réglages ont été introduits à l'étape de filature pour obtenir trois qualités de fil : un fil en fibres long brin Y1, un fil en fibres étoupe Y2 et un fil roving Y3. De plus, le taux de torsion diffère pour chaque fil. En effet, l'application d'une torsion est nécessaire pour assurer une cohésion des fibres et tisser les fils faits de fibres naturelles, contrairement aux fibres synthétiques. Pour cette raison, l'effet de la torsion est étudié avec des fils faiblement tordus Y1 et Y3 et un fil fortement tordu Y2. La caractérisation mécanique souligne la variabilité des propriétés au sein du même lot de fil, résultat de l'irrégularité des fibres et du procédé de filature. La comparaison entre les trois fils permet de relever des comportements mécaniques différents, en dépit d'une densité linéique semblable. Le fil long brin Y1 présente une meilleure résistance mécanique, particulièrement en comparaison avec le fil étoupe Y2. Par ailleurs, une étude de l'effet de tissage sur le comportement du fil a été réalisée. Les résultats montrent une diminution significative de la pente en effort du fil après tissage en raison de la dégradation des fils sous les fortes contraintes exercées lors du tissage. Ainsi, l'effet de la torsion est très important à cette échelle étant donné qu'elle permet de conserver les propriétés du fil via le maintien de sa rigidité pendant le tissage. Concernant l'influence de la fonctionnalisation

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

post-tissage sur le fil, les sollicitations mécaniques, thermiques et chimiques exercées lors du maintien et du traitement du tissu, conduisent à une dégradation de la résistance des fils.

A **l'échelle tissu**, deux gammes de renfort ont été étudiées. Les premières structures sont des lots de quasi-UD réalisés à partir des différents types de fils (Y1, Y2 et Y3) et les deuxièmes sont les lots de tissus toile ayant subi différents apprêts chimiques et mécaniques. Pour les renforts quasi-UD, le renfort en fil étoupe présente des performances plus faibles en comparaison avec le reste. Pour les tissus traités, deux phénomènes ont été étudiés : l'effet de la direction et l'effet du traitement. En premier temps, une meilleure résistance mécanique des fils dans la direction trame est observée avec le tissu écru. Les propriétés des fils en chaine diminuent à cause des fortes sollicitations mécaniques lors de l'insertion du fil dans le métier à tisser. En second temps, les traitements, particulièrement de désencollage et de séchage afin d'éliminer la colle des tissus, dégradent significativement la résistance mécanique des tissus surtout dans la direction trame. On a observé une diminution de la rigidité maximale de 79 % dans la direction trame.

Ensuite, à l'**échelle composite**, le même procédé d'infusion sous vide a été utilisé pour tous les composites. Néanmoins, les fractions volumiques de fibres trouvées varient entre 32 % à 48 %. Le composite à renfort quasi-UD roving montre une meilleure résistance mécanique surtout en comparaison avec les composites faits de tissus. En effet, l'impact de la désorientation des fibres et l'ondulation du fil dans la structure est moins important avec le quasi-UD Roving. Pour les tissus traités, l'anisotropie des propriétés mécaniques est très visible aussi à cette échelle avec des performances plus faibles dans la direction trame après les traitements. De même qu'à l'échelle tissu, les traitements de lavage et de séchage détériorent d'une manière permanente la résistance mécaniques en trame. Après la traction, une analyse des faciès de rupture a été réalisée par des images MEB pour étudier les phénomènes liés à la rupture ainsi que la qualité de l'imprégnation de la résine au sein du renfort. Les images montrent l'endommagement des fibres causé par la rupture ainsi que des fissures dans la résine et le phénomène de « yarn pull out » dans la direction de la sollicitation.

Finalement, un **suivi multi-échelle** est opéré où les résultats montrent que les réponses mécaniques en traction du fil après tissage, du tissu et du composite suivent la même tendance, contrairement au fil avant tissage. Ce phénomène appuie la conclusion de l'échelle fil sur l'effet irréversible et permanent du tissage sur les propriétés mécaniques des fils. Ensuite, le facteur de torsion est très important pour maîtriser les propriétés mécaniques à plusieurs échelles. Un taux optimal de torsion est nécessaire afin de pourvoir tisser le fil et conserver sa rigidité tout en obtenant les m eilleures performances possibles à l'échelle composite. Dans ce cadre, le fil roving à faible torsion se distingue comme une première solution à ces contraintes. Une première analyse statistique inférentielle est utilisée pour examiner l'influence de quelques paramètres clés. Nos données actuelles ne permettent pas d'isoler avec précision le degré d'influence réelle de chaque paramètre sur les propriétés mécaniques. La grande variabilité des résultats, en particulier à l'échelle fil, et l'interdépendance des paramètres entre eux rendent cette étude très complexe. Une étude statistique descriptive plus approfondie pourrait être plus concluante quant à l'analyse des paramètres influant.

Dans le dernier chapitre, le cas particulier du renfort **non tissé** a été traité. A cause de leur structure spécifique de fibres, les non tissés nécessitent un protocole de caractérisation adapté à leur particularité. Dans un premier temps, les essais de flexion et de traction globale et locale ont mis l'accent sur l'anisotropie du comportement mécanique du non tissé avec une direction préférentielle des fibres dans le sens transverse CD. Quant à la

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

direction machine MD, une très grande déformabilité est observée. Dans un second temps, une analyse de la déformabilité de renfort non tissé en fibres de lin lors de l'emboutissage sur des géométries hémisphériques et cubiques. La compréhension des mécanismes de déformation globale et locale est possible à l'aide de l'établissement d'un protocole de caractérisation propre à la structure du non tissé. Les résultats démontrent l'influence de la densité du non tissé, de la géométrie du poinçon et la pression du serre-flan sur la force d'emboutissage et l'apparition de défauts tels que le glissement et la rupture de la structure. L'anisotropie du comportement entre les deux directions principales MD et CD reste visible lors de la mise en forme. En revanche, les essais dans les directions biaxiales ± 45° montrent une meilleure homogénéité.

Plusieurs perspectives sont envisageables en prolongement de ces travaux de thèse. Tout d'abord, d'autres procédés de fabrication du fil peuvent être envisagés afin d'inclure la résine dans la structure même du fil. L'élaboration de fil de type « Corn Yarn » serait avantageuse en termes de production et de facilité d'élaboration. Donc, la comparaison entre ces fils issus de la filature classique et les fils non conventionnels de type « Corn Yarn » nous permettra de définir le meilleur choix industriel en fonction de l'application demandée.

A l'échelle des tissus la caractérisation mécanique de ces renforts en flexion, cisaillement et en emboutissage pourrait venir compléter notre étude. L'utilisation de différentes armures pour le même type de renfort (tissu ou quasi-UD) doit être également étudiée dans le but de définir l'influence de l'armure sur les propriétés mécaniques. En effet, à l'échelle tissu, chaque architecture nécessitera des sollicitations différentes sur le métier à tisser et génèrera des propriétés distinctes. Par conséquent, il serait intéressant d'examiner ces effets à l'échelle composite et à l'échelle fil en termes d'endommagement après tissage. Autre le tissage, le traitement de désencollage est très impactant sur les propriétés mécaniques aux différentes échelles. Une optimisation de la méthode d'encollage ainsi que la colle utilisée peut être une meilleure solution pour délimiter les problèmes de de traitement post-tissage et améliorer l'interface résine/ fibre.

Ensuite, une étude plus approfondie du comportement mécanique à l'échelle composite doit être réalisée. Des caractérisations en flexion seraient intéressantes pour définir la réponse mécanique sous différentes sollicitations et permettre ainsi d'établir un cahier de charge complet pour chaque type de renfort. Une autre méthode de mise en œuvre du composite pourrait également être étudiée. Il serait intéressant d'examiner les propriétés de ces composites lorsqu'ils sont réalisés par thermocompression.

Enfin, en ce qui concerne les renforts non tissés, la caractérisation expérimentale est présentée seulement pour la préforme sèche. Afin de compléter l'approche multi-échelle, il serait nécessaire de continuer la caractérisation mécanique à l'échelle composite. De même que les renforts tissés, nous pourrons envisager l'emploi du même procédé de mise en œuvre de composite suivi d'essais de traction, de cisaillement et de flexion. Egalement, la mise en forme de géométries complexes a été réalisée pour la gamme de non tissés de 300 et 450 $g.m^{-2}$. Ainsi, il serait intéressant de continuer la caractérisation d'une plus large gamme de non tissés avec la gamme de 600 et 1000 $g.m^{-2}$. Cette étude complémentaire nous aidera à couvrir une plus large gamme de non tissés ainsi qu'examiner leur déformabilité à une densité locale de fibres significativement plus élevée. L'acquisition de toutes ces données devrait nous permettre la prédiction du comportement du renfort non tissé sous différentes sollicitations, en dépit de sa masse surfacique, de la géométrie et de la direction de la sollicitation. Il serait ainsi possible de développer un modèle numérique pour la simulation du préformage.

© 2017 Tous droits réservés.
lilliad.univ-lille.fr

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

RESUME

Caractérisation de la variabilité des propriétés mécaniques aux échelles fils, renforts et composites à base de lin

Cette thèse a pour objectif la compréhension des propriétés mécaniques des composites à base de fibres de lin. Tout d'abord, on s'est focalisé sur les renforts tissés, ayant différents types de fils, structures et traitements, à travers une caractérisation multi-échelle. Les résultats montrent une forte influence du procédé du tissage ainsi que les traitements de désencollage et de séchage sur les propriétés mécaniques. L'étude montre une grande variabilité des propriétés mécaniques à l'échelle fil qui diminue significativement de l'échelle tissu à l'échelle composite où les résultats mettent en évidence des propriétés régulières et reproductibles, équivalentes aux composites à base de fibres synthétiques

Ensuite, cette thèse s'est intéressée aux propriétés mécaniques des renforts à orientation aléatoire, les non tissés. La caractérisation mécanique est réalisée sous forme sèche avec des essais de traction simple, de flexion pour différents lots de non tissé. Egalement, l'étude de la déformabilité des renforts non tissés est effectuée avec des essais d'emboutissage sur des géométries simple (hémisphère) et complexe (boite carrée). S'appuyant sur une approche expérimentale, un protocole de caractérisation est établi afin d'identifier et quantifier la réponse du non tissé lors de la mise en forme. L'apparition de nouveaux phénomènes tels que la variation de la densité locale et le glissement des fibres est observée pour les renforts de type non tissé. La caractérisation a démontré les effets de facteurs comme la géométrie du poinçon, la pression du serre-flan, la densité et la direction du renfort.

Mots Clés : fibres de lin, tissage, non tissé, mise en forme, renfort, caractérisation mécanique, composite

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr

ABSTRACT

Flax fibres reinforced preforms and composites: Mechanical properties and variability

This work focuses on understanding the mechanical properties of flax-based composites. First of all, a multi-scale characterization is carried out for oriented fabric with different types of yarns, structures and treatments. Parameters such as the weaving process and the existence of treatments like desizing and drying has a strong impact on the mechanical properties. Furthermore, the results shows a high variability of the mechanical properties at the yarn scale which decreases significantly at the fabric and composite equivalent properties with the synthetic fibres based composites.

Secondly, the thesis focused on the mechanical properties of randomly oriented preforms known as nonwovens. The mechanical characterizations of flax fibre nonwoven are carried out with tensile, bending tests in the dry form. Then, forming tests of the non-woven preforms are performed with different geometries. Based on this experimental approach, a characterization protocol is established to identify and quantify their formability behavior. New phenomena such the variation of local density and the slippage of fibres network are observed for this type of reinforcement. The forming behavior depends strongly on the punch geometry, blank-holder, the area density and direction of the preform.

Keywords: flax fibres, weaving, non-woven, shape forming, reinforcement, mechanical characterization, composite

© 2017 Tous droits réservés.

lilliad.univ-lille.fr