



SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**
UNIVERSITÉ DE BOURGOGNE

Développement de composites
bio-sourcés à base de fibres de
canne à sucre : caractérisation
mécanique et acoustique

■ GÉRÉMIE POSTDAM

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**
UNIVERSITÉ DE BOURGOGNE

N° | X | X | X |

THÈSE présentée par

GÉRÉMIE POSTDAM

pour obtenir le

Grade de Docteur de
l'Université de Bourgogne

Spécialité : **Mécanique et Énergétique**

Développement de composites bio-sourcés à base de fibres de canne à sucre : caractérisation mécanique et acoustique

Unité de Recherche :
Laboratoire Département de Recherche en Ingénierie des Véhicules pour l'Environnement

Soutenue publiquement le 12 Décembre 2017 devant le Jury composé de :

PATRICK IENNY	Président	Professeur à l'École des Mines d'Alès
PIERRE OUAGNE	Rapporteur	Professeur à ENI, Tarbes
JEAN-YVES DREAN	Rapporteur	Professeur à l'Université Haute-Alsace
VINCENT PLACET	Examineur	Ingénieur de Recherche HDR à l'Université de Franche-Comté
FABIENNE TOUCHARD	Examineur	Chargée de Recherche à ENSMA, Poitiers
PAPA-BIRAME GNING	Co-encadrant de thèse	Maître de Conférences HDR à l'Université de Bourgogne
BENOIT PIEZEL	Co-encadrant de thèse	Maître de Conférences à l'Université de Bourgogne
STÉPHANE FONTAINE	Directeur de thèse	Professeur à l'Université de Bourgogne

Remerciements

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au concours de plusieurs personnes à qui je voudrais témoigner ma reconnaissance.

Je souhaite avant tout remercier chaleureusement toutes les personnes qui m'ont aidé pendant l'élaboration de ma thèse et particulièrement mon directeur le professeur Stéphane Fontaine, pour son intérêt et son soutien, sa disponibilité et ses nombreux conseils qui ont nourri ma réflexion.

Ce travail n'aurait pas été envisageable sans le soutien financier de la collectivité territoriale de la Martinique, qui m'a permis de me consacrer sereinement à l'élaboration de ma thèse. Merci de m'avoir fait confiance et d'encourager ainsi les jeunes talents de la Martinique. Je tiens également à saluer la générosité de monsieur Philippe André, directeur général de l'entreprise *Le Galion*, qui m'a fourni la bagasse.

En outre, je souhaite remercier tous les membres du jury pour leur relecture attentive et leurs conseils constructifs, les rapporteurs Pierre Ouagne et Jean-Yves Dréan ainsi que les examinateurs Fabienne Touchard, Patrick Ienny et Vincent Placet. J'aimerais, par ailleurs, exprimer ma gratitude à tous les membres du laboratoire DRIVE qui ont contribué de près ou de loin à l'avancement de ma thèse, je pense notamment aux équipes administrative et technique. Et puis, je ne peux passer sous silence l'aide précieuse apportée par mes collègues doctorants.

Au terme de ce parcours, je remercie celles et ceux qui me sont chers et que j'ai quelque peu délaissés ces derniers mois pour achever cette thèse. Leurs attentions et encouragements m'ont accompagnée tout au long de ces années. Je suis redevable à ma famille pour leur soutien moral et leur confiance indéfectible dans mes choix. Enfin, j'ai une pensée toute particulière pour mon mari qui a partagé cette belle aventure avec moi.

Pou tout sé moun tàla mèsì anpil!

Sommaire

Introduction générale	1
1 Etat de l'art	5
1.1 Composites et matériaux constitutants	5
1.1.1 Renforts en fibres de canne à sucre	6
1.1.2 Matrice	9
1.2 Matériaux poreux et fibreux épais	12
1.2.1 Nature des matériaux poreux à fibres végétales	12
1.2.1.1 Bétons de paille	13
1.2.1.2 Composites poreux fibreux	14
1.2.2 Comportements mécaniques	15
1.2.2.1 Compression uni-axiale	15
1.2.2.2 Traction	18
1.2.2.3 Flexion	19
1.2.3 Propriétés acoustiques	20
1.2.3.1 Effet de la géométrie des fibres sur l'absorption acoustique	22
1.2.3.2 Effet du taux massique de fibres sur l'absorption acoustique	22
1.2.3.3 Effet de la porosité sur l'absorption acoustique	22
1.3 Conclusion	25
2 Matériaux et Procédés pour la réalisation d'un poreux fibreux	27
2.1 Plans d'expériences	27
2.2 Fibres de canne à sucre	28
2.2.1 Tamisage et proportions massiques	29
2.2.2 Caractérisation morphologique	34
2.2.2.1 Validation des mesures	34

2.2.2.2	Résultats	35
2.2.3	Étude hygrométrique	38
2.2.3.1	Désorption	39
2.2.3.2	Absorption	41
2.2.4	Caractérisation de la masse volumique	47
2.3	Fabrication	50
2.3.1	Résine	50
2.3.2	Protocole de fabrication	50
2.3.3	Contrôle qualité	57
2.4	Conclusion	58
3	Caractérisation des matériaux poreux	61
3.1	Caractérisation acoustique	61
3.1.1	Dispositif expérimental	61
3.1.2	Caractérisation de l'in-homogénéité des matériaux poreux par mesure de l'absorption sonore	64
3.1.3	Répétabilité de l'absorption acoustique sur une plaque	65
3.1.4	Influence du taux massique de fibre sur l'absorption acoustique	68
3.1.5	Influence du diamètre de fibre sur l'absorption acoustique	68
3.2	Caractérisation mécanique	70
3.2.1	Dispositif expérimental	71
3.2.2	Essais de compression	72
3.2.2.1	Compression plane	73
3.2.2.2	Compression hors plan	85
3.2.2.3	Anisotropie	95
3.2.3	Essais de flexion	95
3.2.3.1	Influence du facteur de forme	97
3.2.3.2	Comportements typiques	100
3.2.3.3	Rigidité	101
3.2.3.4	Résistance à la flexion	108
3.2.3.5	Modes de rupture	110
3.2.3.6	Analyse des champs de déformation par corrélation d'images	110
3.3	Conclusion	125

4 Applications	127
4.1 Synthèse des résultats	127
4.1.1 Compression-acoustique	127
4.1.2 Flexion-acoustique	129
4.2 Exemples d'application	130
4.2.1 Un faux plafond suspendu	131
4.2.2 Une cloison intérieure	133
4.2.3 Une table de salle à manger	138
4.3 Conclusion	139
5 Conclusion générale et perspectives	141
5.1 Conclusion	141
5.2 Perspectives	143
Annexe 1 : Morphologie des fibres	169
Annexe 2 : Caractérisation thermique des composites poreux bagasse/époxy	171

Liste des symboles

Symboles latins

A	Amplitude de tamisage	(mm)
A	Aire d'une fibre	(mm^2)
b	Largeur d'une éprouvette	(mm)
b_0	Coefficient au centre du domaine du plan d'expériences	
b_i	Coefficient du premier ordre	
b_j	Coefficient du second ordre	
$b_{i,j}$	Coefficient de couplage	
C_1, C_2, C_3	Constantes expérimentales	
c	Coté de l'échantillon cubique en compression	(mm)
$\tilde{c}_{\acute{e}q}$	Célérité équivalente	($m.s^{-1}$)
d	Diamètre des fibres	(mm)
E	Module élastique	(MPa)
E_y^{3pts}	Module de flexion 3 points	(MPa)
E_y^{4pts}	Module de flexion 4 points	(MPa)
$E_z^{comp.}$	Module de compression plane	(MPa)
$E_y^{comp.}$	Module de compression hors plan	(MPa)
F	Charge appliquée	(N)
F/R	Ration fibre/résine	
h	Épaisseur du matériau	(mm)
H_I	Fonction de transfert entre deux micros onde incidente	
H_R	Fonction de transfert entre deux micros onde réfléchie	
HR	Humidité relative	(%)
j	$\sqrt{-1}$	
k	Nombre d'onde	
k_0	Nombre d'onde de l'air	
K_{Def}	Rapport entre la déformation locale mesurée et la déformation théorique	

L	Longueur de fibre	(mm)
L/d	Facteur de forme des fibres	
M_i	Masse initiale de fibres	(g)
M_f	Taux massique de fibres	
M_s	Masse de fibres sèche	(g)
M_t	Masse de fibres à l'instant t	(g)
p_I	Pression acoustique incidente	(Pa)
p_R	Pression acoustique réfléchie	(Pa)
R	Coefficient de réflexion acoustique	
S	Surface	(mm^2)
T	Température	($^{\circ}$)
V_p	Taux volumique de porosité	
$W_z^{35\%}$	Énergie dissipée à 35% de la déformation en compression plane	(J/m^3)
x_i	Variables codées associées aux facteurs d'entrée	
Y	Réponse du plan d'expérience	
z/h	Épaisseur normalisée	
Z_c	Impédance caractéristique dans le milieu poreux	($Pa.s.m^{-1}$)
Z_0	Impédance caractéristique dans l'air	($Pa.s.m^{-1}$)

Symboles grecs

α	Absorption acoustique mesurée au tube à impédance	
α_{max}	Absorption acoustique maximale entre 350 et 1000 Hz	
α_{min}	Absorption acoustique minimale entre 350 et 1000 Hz	
α_{moy}	Absorption acoustique moyenne	
α_w	Absorption acoustique mesurée en champ diffus	
β^{3pts}	Angle entre déformations mesurées et calculées dans l'épaisseur	(°)
δ	Distance entre supports inférieurs en flexion	(mm)
δ/h	Facteur de forme d'une éprouvette	
ΔT	Différence de température	(°)
$\epsilon_{y_cal}^{3pts}$	Déformation normale calculée en flexion 3 points	(%)
$\epsilon_{y_mes}^{3pts}$	Déformation normale mesurée par corrélation d'images en flexion 3 points	(%)
$\epsilon_{y_locale_mes}^{3pts}$	Déformation normale mesurée localement dans la zone d'initiation de la rupture par corrélation d'images en flexion 3 points	(%)
ϵ_y^{4pts}	Déformation normale calculée en flexion 4 points	(%)
$\epsilon_y^{comp.}$	Déformation de compression hors plan calculée à partir du déplacement de la traverse	(%)
$\epsilon_{y_mes}^{comp.}$	Déformation de compression hors plan mesurée par corrélation d'images	(%)
$\epsilon_z^{comp.}$	Déformation de compression plane calculée à partir du déplacement de la traverse	(%)
$\epsilon_{z_mes}^{comp.}$	Déformation de compression plane mesurée par corrélation d'images	(%)
ξ_E	Dégré d'anisotropie de module	
ξ_σ	Dégré d'anisotropie de contrainte	
φ_I	Déphasage de l'onde acoustique incidente	
φ_R	Déphasage de l'onde acoustique réfléchie	
γ_{yz}^{3pts}	Cisaillement mesuré dans le plan (yz) par corrélation d'images en flexion 3 points	(%)
$\gamma_{zx}^{comp.}$	Cisaillement mesuré dans le plan (zx) par corrélation d'images en compression hors plan	(%)

Λ	Conductivité thermique	$(W.m^{-1}.K^{-1})$
ϕ	Flux thermique	$(J.s^{-1})$
μ	Paramètre statistique (moyenne)	
ν	Déplacement de la traverse	(mm)
ρ_c	Masse volumique du composite	(kg/m^3)
ρ_f	Masse volumique des fibres	(kg/m^3)
ρ_r	Masse volumique de la résine	(kg/m^3)
σ	Paramètre statistique (écart type)	
σ_t	Contrainte de traction	(MPa)
σ_{tmax}	Contrainte maximale de traction	(MPa)
σ_y^{3pts}	Contrainte de flexion 3 points	(MPa)
σ_y^{4pts}	Contrainte de flexion 4 points	(MPa)
σ_y^{max}	Contrainte maximale de compression hors plan	(MPa)
σ_z^{yield}	Contrainte limite de l'élasticité en compression plane	(MPa)

Introduction générale

L'utilisation des matériaux composites connaît un essor important depuis ces dernières décennies car ils sont une alternative aux matériaux métalliques en raison de leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées. Ils présentent de réels avantages notamment dans le domaine du transport car ils permettent des économies d'énergie potentielles liées aux gains de masse. De plus, les composites possèdent l'avantage d'offrir la possibilité de concevoir des matériaux "sur-mesure" dont les propriétés peuvent être optimisées en fonction des directions de chargement. En outre, le développement de matériaux multi-fonctionnels permet d'associer des propriétés acoustique et thermique, par exemple, à des matériaux de structures [1, 2, 3]. Dans certains domaines, comme dans l'aménagement intérieur, cette multi-fonctionnalité est recherchée, notamment pour l'absorption et l'isolation acoustique.

D'un autre côté, face à un épuisement des ressources fossiles et aux difficultés de recyclage des composites ayant des constituants pétro-sourcés, les chercheurs s'intéressent à la valorisation de matières renouvelables végétales ou naturelles. Les matériaux bio-composites, dont le renfort et/ou la résine sont d'origine animale ou végétale, répondent ainsi aux défis écologiques et économiques. C'est ainsi que les fibres de lin et de chanvre sont les plus utilisées dans la fabrication de bio-composites, du fait de leur disponibilité dans l'hémisphère Nord (254 000 et 28 000 de tonnes respectivement entre 2001 et 2008) [4, 5]. Cependant depuis quelques années, l'intérêt scientifique s'est tourné vers les fibres tropicales, comme les fibres de sisal, d'alpha, de jute et de canne à sucre [6, 7, 8]. À titre d'exemple, la culture mondiale de la canne à sucre n'a cessé d'augmenter pour atteindre 1884 millions de tonnes en 2014 [9]. Le Brésil, l'Inde, la Chine, la Thaïlande et le Pakistan, à eux seuls produisent près de la moitié de cette ressource. Dans des volumes plus modestes, la Martinique et la Guadeloupe sont considérées comme de "petits" producteurs avec une production de 923 milliers de tonnes en 2009 [10]. En effet, la transformation de la canne en rhum, sucre et plus récemment en bioéthanol génère une quantité importante de déchets appelés bagasse. Ce résidu fibreux représente jusqu'à 30% de la masse de

canne à sucre. C'est ainsi que plus de 500 millions de tonnes de bagasse ont été générées dans le monde en 2014 [9]. Par conséquent, la bagasse est une matière première abondante, renouvelable et peu onéreuse, soit une dizaine d'euros la tonne [11]. De ce fait, un effort particulier est fourni afin de valoriser ce déchet abondant.

La production d'électricité par combustion dans les centrales thermiques représente l'essentiel de l'utilisation de cette ressource (environ 85% en masse). Elle est également valorisée dans l'industrie papetière à hauteur d'environ 10 % pour la fabrication de vaisselle jetable [12]. De façon plus marginale, elle est employée dans le domaine agricole comme alimentation animale [13], composte afin d'enrichir les sols et substrat pour le développement de champignons comestibles [14]. Ainsi, avant les années 1990, la transformation de la bagasse en produit à forte valeur ajoutée était insignifiante. Récemment, plusieurs études ont été menées afin d'intégrer ces fibres dans la fabrication de matériaux de construction, notamment pour la fabrication de ciments renforcés [15, 16]. Les auteurs ont montré que l'introduction des fibres de bagasse dans une structure composite améliore les propriétés mécaniques de ce matériau.

La démarche de la présente thèse s'inscrit dans la démarche de valorisation de la bagasse par l'élaboration de matériaux composites à base de fibres de canne à sucre. L'objectif est de développer un matériau assurant à la fois un rôle semi-structural et d'absorbant acoustique.

Pour contribuer à cette démarche, l'approche choisie consiste à mettre en place un procédé de fabrication des composites poreux fibreux, puis à caractériser leurs propriétés mécaniques et acoustiques. Enfin, une méthodologie permettant d'optimiser à la fois les propriétés mécaniques et acoustiques a été illustrée. La figure 1 retrace les étapes suivies dans ces travaux. Ces travaux sont financés par la *Collectivité territoriale de la Martinique* qui encourage les projets de valorisation de ressources locales.

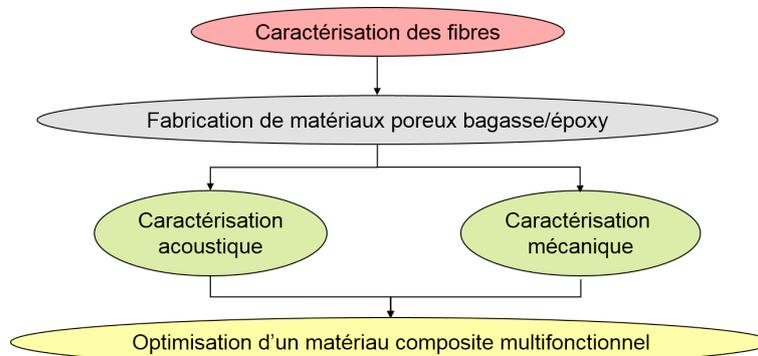


FIGURE 1 – Étapes clés dans la mise en place de l'étude.

En réponse à la problématique posée, ce mémoire de thèse est divisé en cinq sections. Le

chapitre 1 traite de l'état de l'art scientifique lié au sujet et notamment des propriétés des fibres végétales et des matériaux poreux fibreux. Les comportements acoustiques, en flexion et en compression des composites poreux y sont détaillés.

Le **chapitre 2** présente dans un premier temps la caractérisation morphologique, hygrométrique et de la masse volumique des fibres de bagasse. Dans un second temps, une description du protocole de fabrication sur la base d'un plan d'expériences est donnée. Enfin, une observation de la micro-structure des matériaux y est présentée.

Dans le **chapitre 3**, les caractérisations expérimentales acoustique et mécanique des composites poreux bagasse/époxy sont présentées. Les résultats des essais d'absorption acoustique réalisés au tube à impédance, des essais de compression parallèlement et perpendiculairement à la direction de compactage ainsi que des essais de flexion 3 et 4 points sont discutés dans cette section. Par ailleurs, l'endommagement et l'évolution des champs de déformations sont mesurés et discutés à l'aide l'exploitation de la corrélation d'images. Enfin, une modélisation par éléments finis est présentée afin de confirmer les phénomènes en jeu observés.

Puis le **chapitre 4** synthétise les résultats obtenus et présente trois applications potentielles des matériaux étudiés. En fonction du cahier des charges de chacune d'elle, le matériau de l'étude le plus adapté est proposé. Enfin, conclusions et perspectives générales sont présentées au **chapitre 5**.

Chapitre 1

Etat de l'art

Depuis toujours, les matériaux ont joué un rôle clé dans la société humaine. Dès l'âge de pierre, l'Homme taille le silex pour créer ses premiers outils. Lorsque le cuivre et le bronze sont découverts, de nouveaux usages naissent et viennent changer les modes de vie. Au fur et à mesure des découvertes et conception de nouveaux matériaux, notamment les matériaux composites, l'Homme fait évoluer ses outils, ses constructions, ses modes de vie, et ses besoins [17]. Cet état de l'art se focalisera sur la caractérisation des fibres de canne à sucre et des matériaux composites à fibres végétales.

1.1 Composites et matériaux constituants

Si les matériaux composites existent à l'état naturel (le bois et les os), l'Homme s'est très rapidement approprié ce type de matériaux. En effet, le torchis considéré comme l'un des premiers d'entre eux remonte à la préhistoire. Ce matériau utilisé pour la construction des habitations était élaboré à partir de terre et de fibres végétales ou de poils d'animaux. Plus tard, vers 2000 av. J-C, des études montrent l'existence d'arc mongols dont l'âme en bois est contrecollée de tendon au dos et de corne sur sa face interne. Depuis, les composites n'ont cessé d'évoluer et de se diversifier. En 1892, François Hennebique a déposé le brevet du béton armé [18]. Plus récemment, les matériaux composites ont fortement contribué au développement des nouvelles technologies dans les domaines du transport, des sports et loisirs, des énergies renouvelables... Ainsi, il convient de définir ce type de matériaux et de voir dans quelle mesure leur fabrication s'est adaptée aux contraintes écologiques.

Un composite est un matériau constitué d'au moins deux composants non miscibles : un renfort, souvent sous forme fibreuse et un liant ou matrice. Le renfort permet de supporter les

Fibres	Module (<i>GPa</i>)	Densité	Prix (€/kg)	Énergie (<i>kJ/kg</i>)
Verre E	72 - 74	2,6	1,5	40
Carbone T300	130 - 390	1,8	30	21
Lin	50 - 70	1,5	0,6	9
Bagasse	17 - 27,1	1,25	0,014	-

TABLEAU 1.1 – Comparatif des modules, coûts et énergies de fabrication des fibres verre, de carbone et de lin [19, 20]

efforts appliqués lors de la sollicitation, tandis que la matrice jouant un rôle de cohésion, assure un maintien des éléments du renfort. L'association de ces deux composants permet d'obtenir un matériau avec de bonnes performances mécaniques. Dans cette partie, nous présenteront les différents matériaux de l'étude.

1.1.1 Renforts en fibres de canne à sucre

Les propriétés des composites dépendent fortement de la nature et de la géométrie des fibres utilisées. En plus des caractéristiques morphologiques, la proportion et la répartition des fibres dans le matériau contribuent à leurs performances mécaniques. Si les fibres de renfort peuvent être d'origine minérale, organique ou végétale, le verre et le carbone ont été très largement utilisés notamment grâce à leurs bonnes propriétés spécifiques (tableau 1.1). Les modules des fibres de carbone sont respectivement 3,4 et 4,6 fois plus élevés que ceux du verre E et du lin. Toutefois, leur prix au kilo reste très important. De plus, l'énergie nécessaire à la production d'un kilo de verre E ou de carbone est considérable comparée à celle du lin (respectivement 4,4 et 2,3 fois plus élevé). Compte tenu des problématiques écologiques et économiques, la recherche dans le domaine des matériaux composites s'est récemment orientée vers des renforts d'origine végétale possédant aussi de bonnes propriétés spécifiques. En effet, les fibres végétales constituent une ressource biodégradable et présentent un coût relativement faible, jusqu'à cinquante fois moins chères que les fibres de carbone et un faible impact environnemental (tableau 1.1) [19]. Cependant, elles présentent un certain nombre d'inconvénients qui découlent principalement de leur caractère naturel, comme une forte variabilité des propriétés et une hydrophilie. Parmi les nombreuses fibres naturelles, les fibres de canne à sucre sont une solution intéressante grâce au bon rapport propriétés spécifiques/coût [15, 6, 16, 7].

La canne à sucre est une plante tropicale herbacée vivace de la famille des graminées. La botanique de cette plante rappelle celle du roseau avec les principaux éléments : tige, bourgeon, feuille et racine. Les tiges sont structurées en tronçons de 10 à 20 cm, séparés par des nœuds où les feuilles prennent naissance (figure 1.1) [21]. Une étude morphologique rapporte que la canne à sucre se compose d'une écorce, de fibres de différentes natures et d'une moelle, comme illustré dans la figure 1.2 [22].

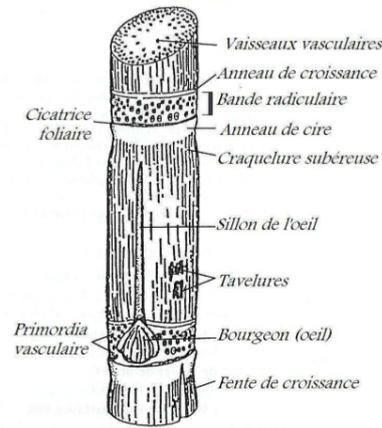


FIGURE 1.1 – Schéma d'un tronçon de canne à sucre [21]

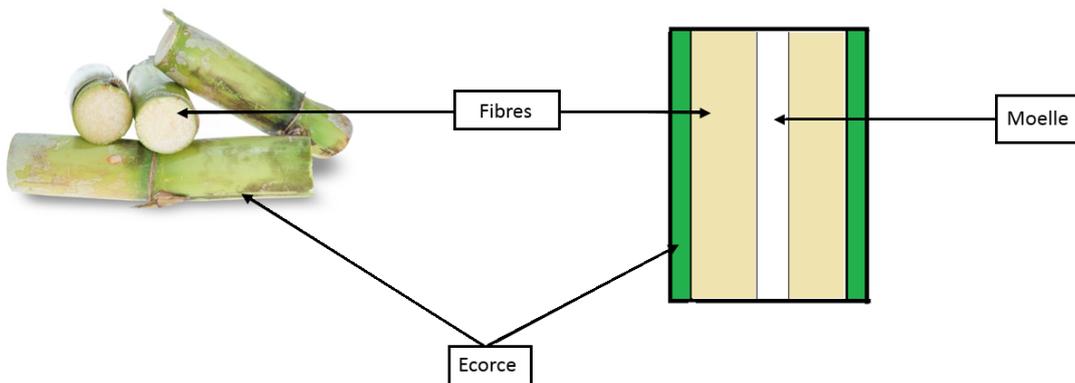


FIGURE 1.2 – Schéma d'une coupe de canne à sucre

Il existe plus d'une quarantaine de variétés de canne à sucre dans le monde, dont une grande partie est issue de l'hybridation entre celles-ci. Les principales variétés sont : "*saccharum robustum*", "*saccharum officinarum*", "*saccharum spontaneum*" et "*saccharum sinense*". La variété *S. officinarum* a été l'une des premières à être utilisée pour la production de sucre. L'hybridation de variétés permet non seulement d'augmenter le taux de sucre dans la plante, mais aussi d'obtenir une meilleure résistance aux maladies en fonction du sol et du climat d'implantation.

Mars	Avril	Mai	Juin	Juillet	Août	Septembre	Octobre	Novembre	Décembre	Janvier	Février	Mars	Avril	Mai
Plantation	Croissance					Maturation					Récolte			

TABLEAU 1.2 – Calendrier de la culture de la canne à sucre

Les principales variétés cultivées en Martinique sont la "*saccharum robustum*" et la "*saccharum officinarum*". A ce titre, des travaux de recherche menés par le CIRAD¹ ont pour but de développer une variété de canne à sucre riche en fibres à vocation énergétique [23]. Le double intérêt de cette démarche réside à la fois dans la fabrication d'un meilleur combustible afin d'optimiser la production d'énergie et dans la décontamination de sols contaminés par des pesticides comme la chlordécone, longtemps utilisée en Martinique et en Guadeloupe.

La culture de la canne à sucre est relativement longue puisqu'elle s'étale sur 10 à 12 mois. Le tableau 1.2 présente le cycle de culture approximatif de la canne à sucre. De plus, alors que le taux de sucre augmente en fonction de l'âge des plants, le taux de fibres contenu dans la canne diminue. La figure 1.3 illustre cette évolution.

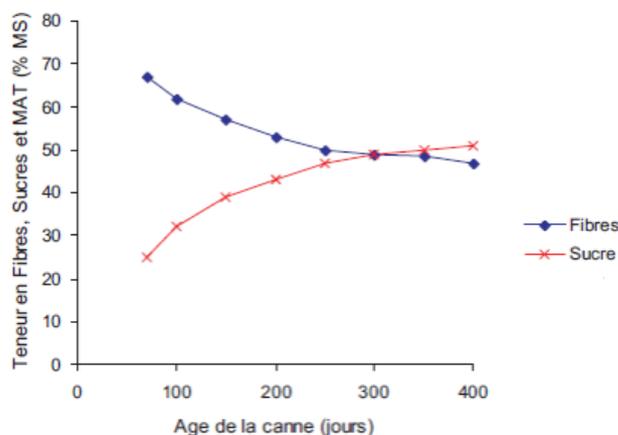


FIGURE 1.3 – Évolution de la composition chimique de la canne avec l'âge [24]

Les différentes transformations de cette plante pour obtenir le sucre, le rhum ou l'éthanol génèrent un résidu fibreux appelé la bagasse, représenté en figure 1.4. La transformation d'une tonne de canne à sucre produit entre 250 et 320 kg de bagasse, soit 30% de la masse de canne [25]. En sortie d'usine, elle présente une grande hétérogénéité morphologique par la présence de paquets de fibres, de fibres individuelles ou de particules provenant de la moelle de la canne

1. Centre de coopération international en recherche agronomique pour le développement

(figure 1.4c). Rasula et al. montrent que la bagasse est composée de 5% de particules provenant de la moelle, de 73% de fibres et de 22% de paquets de fibres provenant de l'écorce (figure 1.2) [26].

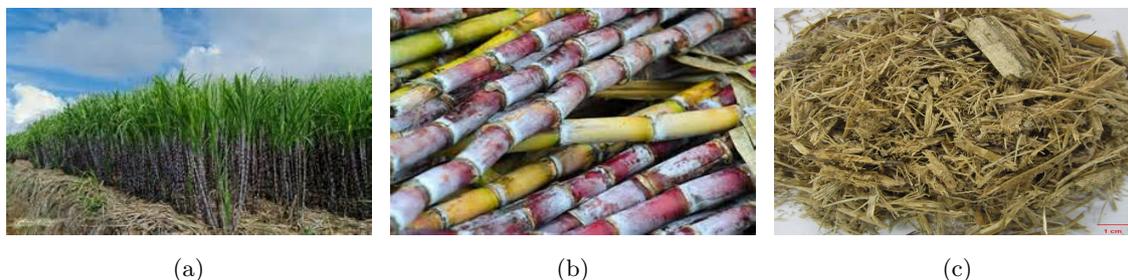


FIGURE 1.4 – Du champ de canne à sucre (a) aux tiges de canne à sucre (b) et à la bagasse (c)

Luz et al. [27] ont montré qu'une fibre de canne à sucre est constituée de 43,8% de cellulose, de 28,6% d'hémicellulose, de 23,5% de lignine et de 3,1% d'autres composants comme des matières solubles dans l'eau et des matières grasses.

Plusieurs techniques permettent de caractériser la masse volumique des fibres végétales courtes [26, 15]. Toutefois, dans la littérature on note une dispersion importante de valeurs de masse volumiques de la bagasse, selon les auteurs (tableau 1.3) qui révèle une véritable difficulté à caractériser cette grandeur. La forte dispersion des masses volumiques de la bagasse s'explique par les différentes méthodes de mesure. Certains auteurs ont mesuré une masse volumique globale sur une quantité importante de fibres [28, 29], d'autres comme Rasula et al. [26] se sont appliqués à mesurer le volume de chaque constituant de la bagasse par pycnométrie au kérosène. Cette technique consiste à gonfler les fibres à l'eau pendant 48h sous une pression de 20 kPa puis à les introduire dans un bain d'acétone et à les sécher pendant environ 5 min à 105 °C. Les fibres sont ensuite introduites dans un pycnomètre au kérosène et leur volume est ainsi déterminé. Leurs travaux résumés dans le tableau 1.4 montrent que la masse volumique de la moelle est au moins deux fois plus faible que celles de l'écorce et des fibres. Cette caractérisation suggère qu'il existe une véritable différence physico-chimique entre les éléments constituant la canne à sucre. Ils montrent également dans leur étude que la porosité ouverte de la bagasse est de 66%.

1.1.2 Matrice

Une matrice a pour rôle de lier les fibres de renfort entre elles pour leur transmettre les sollicitations mécaniques. Elle permet également de protéger les fibres de l'environnement ex-

Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	Auteurs	Références
1470 ± 30	Rasula et al.	[26]
1330	Crawford	[30]
1510 ± 10	Pidduck	[31]
2665	Bilba	[15]
200	Hugot	[28]
120	Bubnik et al.	[29]

TABLEAU 1.3 – Quelques valeurs de masse volumique dans la littérature

Composants	Fraction massique (%)	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)
Moelle	5	220
Fibres	73	520
Écorce	22	550

TABLEAU 1.4 – Densité obtenue par pycnométrie au kérosène [26]

térieur (UV, humidité, agressions chimiques...). De plus, elle doit être de faible densité afin de conserver les propriétés mécaniques spécifiques élevées du composite [32]. Il existe deux grandes familles de résines. Les thermoplastiques dont la caractéristique principale est de se ramollir par chauffage et de durcir par refroidissement de façon réversible. Le polychlorure de vinyle (PVC) le polyéthylène (PE), le polystyrène (PS), le polypropylène (PP) sont des polymères souvent utilisés pour la mise en œuvre dans les composites du fait de leur faible coût. A l'inverse, les thermodurcissables sont des matières plastiques qui sous l'action de la chaleur se durcissent progressivement pour atteindre un état solide irréversible. Les résines polyesters insaturées et époxydes sont les plus utilisées pour la fabrication de composites. Les polymères époxydes sont obtenus par polymérisation de monomères époxydes avec un durcisseur (résine époxyde + durcisseur \rightarrow polyépoxyde). Ces résines ont des liaisons contenant un nombre de groupes époxy réactifs suffisant pour entraîner le durcissement. Dans plus de 75 % des cas, le couple de réactifs est l'épichlorhydrine et le bisphénol A (figure 1.5). La polymérisation permet une relative stabilité du matériau durci.

La température de réticulation des résines influencent grandement les propriétés mécaniques, thermiques et la durabilité des matériaux. En effet plus les températures sont élevées, meilleures

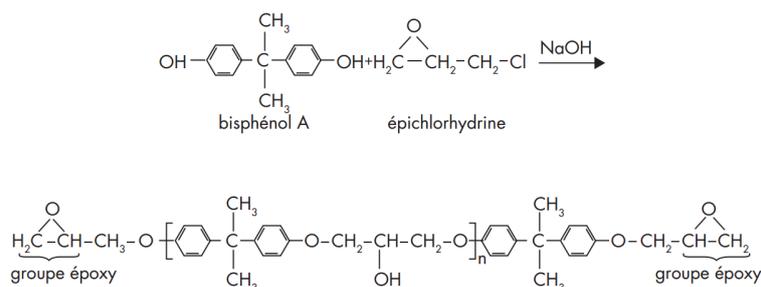


FIGURE 1.5 – Réaction entre le bisphénol A et l'épichlorhydrine : obtention du diglycidyléther (DGEBA) [33]

sont les propriétés. De plus, les époxydes résistent particulièrement bien aux fissurations, notamment lorsqu'elles contiennent des charges ou des renforts. La résistance à l'usure et aux intempéries très élevée de ces résines, en fait d'excellents matériaux utilisés pour les pièces extérieures [33]. Les temps de cuisson des systèmes époxy sont relativement longs. Néanmoins, récemment des résines rapides ont été développées, notamment par SICOMIN®, avec un cycle de cuisson d'une heure à 80 °C. Ces résines possèdent des propriétés mécaniques équivalentes aux résines dont le temps de polymérisation est plus long, jusqu'à 8h pour certaines. L'utilisation de ces dernières permet un gain de temps lors de la fabrication bien que leur mise en œuvre soit plus délicate, notamment du fait de leur vitesse de polymérisation plus importante. Malgré les caractères hydrophile des fibres naturelles et hydrophobe des résines, il existe une compatibilité chimique puisqu'elles sont largement utilisées pour la mise en œuvre de bio-composites [34, 35, 36, 37, 38, 39, 40].

Bien que les matrices utilisées soient très souvent d'origine pétrochimique, les matrices biosourcées entrent progressivement sur le marché des composites. Elles sont issues de la faune et de la flore (à base d'amidon, de cellulose, de protéines), la polymérisation chimique (acide polylactique, PLLA) et des micro-organismes génétiquement modifiés (PolyHydroxyAlcanoates) [41, 1, 42, 43, 44, 45]. Récemment, des systèmes de résine époxy en partie biosourcés ont été développés. Ces résines contenant entre 27% et 70% en masse de carbone d'origine végétale ont un impact environnemental inférieur à celui des systèmes époxy standards [46]. Le tableau 1.5 recense quelques unes d'entre elles et compare leurs propriétés mécaniques à un système 100% pétrosourcé. Cette étude non exhaustive montre que les propriétés mécaniques de ces nouvelles résines sont équivalentes voire supérieures à celles des résines traditionnelles. Ainsi elles peuvent être intégrées dans la fabrication des matériaux bio-composites.

Nom	Proportion massique "green carbon" (%)	Module (MPa)	Résistance max (MPa)	Allongement max (%)
<i>SR 1280/SZ 8511</i>	0	3100	120	6,2
<i>SR GreenPoxy 33/SZ 8525</i>	27 - 29	3380	128	6,2
<i>SR InfuGreen 810/SD 8825.2</i>	38	3000	113	4,9
<i>SR GreenPoxy 56/SD Surf Clear</i>	50 - 56	3400	114	4,2
<i>Resoltech 1070 eco/1074 eco</i>	37	3240	110,6	5,3
<i>EPOBIOX STR</i>	70	2500	-	15

TABLEAU 1.5 – Propriétés des résines époxydes bios [47, 48, 49, 50, 51]

1.2 Matériaux poreux et fibreux épais

Les matériaux poreux sont des systèmes interfaciaux, polyphasiques, dont l'une des phases est solide et dont une grande partie est occupée par l'air. Les espaces de vide appelés pores, peuvent être connectés ou non. La porosité d'un matériau est un paramètre adimensionnel qui exprime le rapport du volume de l'ensemble des pores et du volume total du matériau. Au sein d'un même matériau, il peut exister plusieurs types de porosités : une porosité "fermée" qui caractérise les pores non communiquant avec l'extérieur, une porosité "ouverte" dont les pores sont connectés et ouverts sur l'extérieur et une porosité semi-ouverte qui définit à la fois un volume de pores débouchant et non débouchant sur l'extérieur comme illustré à la figure 1.6 [52]. En acoustique, on s'intéresse plus particulièrement aux porosités "ouverte" et "semi-ouverte", car elles jouent un rôle dans l'absorption acoustique [53]. Les propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau poreux sont pilotées par le nombre, la taille et la forme des pores ainsi que leur connectivité. La communauté acoustique classe les pores en fonction de leur taille de la façon indiquée dans le tableau 1.6. Il existe une large variété de matériaux poreux. A titre d'exemple on peut citer les mousses (mélamine, polyuréthane, métallique...), les matériaux fibreux ou les matériaux granulaires. Cet état de l'art se focalise sur les matériaux poreux fibreux.

1.2.1 Nature des matériaux poreux à fibres végétales

Tout au long de cet état de l'art, on s'intéressera aux bétons de chanvre et aux composites poreux fibreux. Les bétons de chanvre ont une architecture interne proche des matériaux de l'étude et font l'objet de nombreux travaux de recherche.

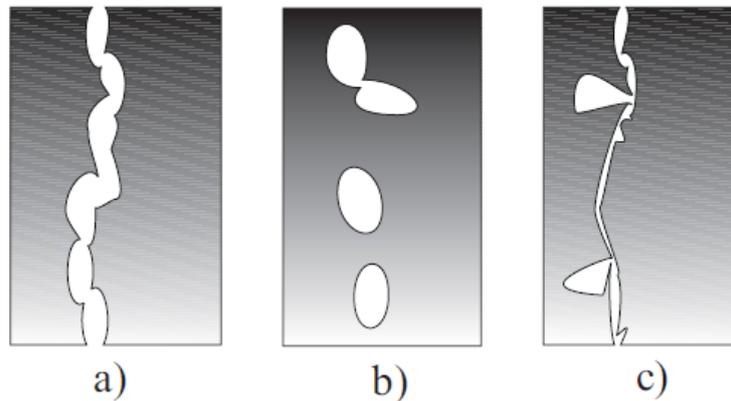


FIGURE 1.6 – a) porosité ouverte b) porosité fermée c) porosité semi-ouverte [54]

Diamètre des pores	Classe
< 2 nm	microporosité
2 - 50 nm	mésoporosité
> 50 nm	macroporosité

TABLEAU 1.6 – Classification des pores en fonction de leur taille [55]

1.2.1.1 Bétons de paille

Depuis quelques années, les bétons de chanvre ont été utilisés dans le cadre de l'écoconstruction du fait de leur faible empreinte écologique. De plus, leurs excellentes propriétés isolantes tant thermiques que phoniques suscitent l'intérêt de nombreux chercheurs. Ces matériaux sont composés de chènevotte, partie ligneuse de la tige du chanvre provenant des déchets de l'industrie papetière et de chaux hydraulique ($Ca(OH)_2$). On utilise généralement du chanvre puisqu'il présente l'intérêt de se renouveler et de pousser vite, sans traitement phytosanitaire, ni engrais. De plus sa culture nécessite peu d'eau. Les particules de longueur moyenne comprise entre 4 et 9 mm et une largeur moyenne de 2,5 mm, sont légères, poreuses et isolantes (figure 1.7a) [56]. La chaux, plus ou moins chargée en éléments hydrauliques, est le résultat de la cuisson d'un calcaire à une température entre 800°C et 1000°C. Elle est souvent utilisée dans la construction car sa microporosité permet la fabrication d'un mortier perméable à la vapeur d'eau qui favorise l'évacuation de l'humidité. De plus, la chaux est imperméable à l'eau de ruissellement et protège le gros œuvre des intempéries. La prise de la chaux hydraulique se fait en deux étapes, d'abord à l'eau puis à l'air. Ainsi la fabrication des bétons de chanvre se fait en milieu humide, par compression à froid, sans étuvage ni cuisson. Nguyen [57] montre par une analyse thermique

que la fabrication des bétons de chanvre par compression donne lieu à une structure stratifiée, anisotrope transverse au matériau. Cette anisotropie est liée à la forme allongée des particules et l'orientation préférentielle dans le plan horizontal de ces particules sous l'effet de la pression de fabrication.



FIGURE 1.7 – Chènevotte (a) et bloc de béton de chanvre (b) [58]

1.2.1.2 Composites poreux fibreux

Les composites poreux fibreux sont souvent issus du mélange de fibres courtes et de résines pétro-sourcées. Le moulage par compression est la principale méthode de mise en œuvre de ce type de matériaux. De nombreux auteurs ont utilisé cette technique à froid [42, 59] ou à chaud [8, 7] pour fabriquer des matériaux à fibres courtes. La technique consiste à appliquer une pression dont le temps de pressage correspond au temps de réticulation du liant [32]. Cette méthode permet de contrôler l'épaisseur de la pièce à fabriquer et par conséquent de maîtriser la porosité du matériau. En effet, à épaisseur fixée, la masse volumique et par conséquent la porosité de l'échantillon peuvent être modifiées par l'augmentation de la quantité de mélange introduite dans le moule. C'est d'ailleurs ce qu'ont fait Merotte et al [60] pour obtenir des composites lin/polypropylène avec des porosités différentes.

La littérature met également en évidence l'influence du procédé de fabrication sur la micro-structure des matériaux poreux. Les mousses polymères par exemple, présentent une anisotropie due au mode de fabrication qui engendre des propriétés mécaniques et acoustiques différentes selon la direction de sollicitation du matériau [53]. Ce phénomène est également observé dans le

cas des composites poreux à fibres courtes. Ils présentent souvent une isotropie dans le plan de fabrication due à l'arrangement aléatoire des fibres et une anisotropie transverse dans l'épaisseur [61]. De ce fait, il est nécessaire de préciser le sens de sollicitation des matériaux pour toute caractérisation.

1.2.2 Comportements mécaniques

La caractérisation mécanique en quasi-statique des matériaux se fait par des essais de compression, de traction, de flexion, de cisaillement et de torsion [62]. La majorité de ces essais est réalisée sur des machines servohydrauliques ou électromécaniques équipées de capteurs de force et de déplacement. Le principe consiste à appliquer un chargement par le moyen de la mobilité d'un couple traverse/point d'ancrage et à mesurer le déplacement et les déformations par exemple.

1.2.2.1 Compression uni-axiale

La compression uni-axiale est couramment employée et est destinée à caractériser mécaniquement les matériaux poreux. Sollicités en compression parallèlement à leur plan de fabrication, les bétons de chanvre et les poreux fibreux ont un comportement qui se décompose en trois parties distinctes [53]. La courbe contrainte-déformation présente une zone linéaire suivie d'un plateau puis d'une augmentation de la rigidité (figure 1.8).

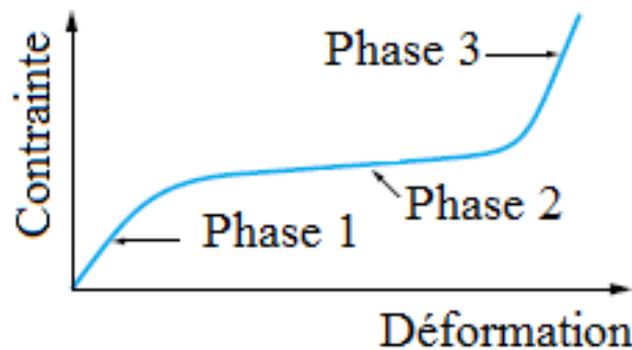


FIGURE 1.8 – Comportement de matériaux poreux en compression parallèle au sens de fabrication [53]

Les auteurs s'accordent à dire que la première partie linéaire correspond à une déformation élastique et réversible du matériau [63, 64, 59, 65]. Arnaud et Goulay [66] ont évalué l'influence des paramètres de fabrication sur les propriétés mécaniques des bétons de chanvre. Ils ont montré que dans cette zone, seul le liant supporte toutes les contraintes de compression. La pente de la

partie linéaire de la courbe contrainte déformation permet de déterminer le module de rigidité du matériaux poreux. Quelques valeurs des modules en compression de matériaux poreux collectées dans la littérature sont présentées dans le tableau 1.7. Par ailleurs, Le et al. [41, 1] ont démontré que le module élastique (E) des composites chanvre/amidon croît avec la longueur des fibres. De plus, ils montrent que cette grandeur évolue de façon parabolique avec le ratio fibre/résine (F/R) suivant l'équation 1.1 semi-empirique, dans laquelle C_1 , C_2 , et C_3 sont des constantes obtenues expérimentalement.

$$E = C_1 \left(\frac{F}{R}\right)^2 + C_2 \left(\frac{F}{R}\right) + C_3 \quad (1.1)$$

La deuxième portion de la courbe contrainte déformation matérialisée par un plateau correspond à une grande déformation pour de faibles contraintes. Cette non linéarité traduit un comportement plastique qui se caractérise par un endommagement du liant [59, 65]. Nguyen et al. [64] qui ont travaillé sur des bétons de chanvre associent le point de changement de pente, entre la partie linéaire et le plateau, à une concentration de contraintes à l'interface chène-votte/matrice. En ce point, certains auteurs définissent la contrainte maximale du matériau en compression [67]. Ces contraintes sont relativement faibles pour les matériaux poreux, de l'ordre 0,39 MPa à 6,87 MPa pour certains bétons de chanvre. D'après Mati-Baouche et al. [59] qui ont travaillé sur des composites à base de tiges de tournesol et une résine obtenue à partir de crustacés, cette contrainte est corrélée au ratio fibre/liant. Dans le cas d'Arnaud et Goulay [66], précédemment cités, cette deuxième zone présente un maximum (figure 1.9) pour lequel ils définissent une contrainte maximale. Leur analyse révèle que les bétons fabriqués à partir de fibres fines et courtes ont une contrainte maximale bien supérieure à celle de ceux fabriqués à partir de fibres plus grossières. D'ailleurs, Le et al. confirment ce phénomène et montrent que les module et contrainte en compression des éprouvettes fabriquées à partir de fibres de longueur maximale de 15 mm sont supérieurs de 44% à ceux des éprouvettes dont la longueur maximale des fibres est de 20 mm. Ces auteurs expliquent ce résultat par un meilleur enrobage par la résine des fibres courtes [66, 41, 1].

La dernière partie pour laquelle la contrainte augmente de façon asymptotique correspond à la zone de densification dans la plupart des composites fibreux. Ce phénomène, qui traduit l'effet de l'écrasement complet des fibres, a pour effet d'augmenter la rigidité du matériau [63, 64]. Le liant est complètement endommagé et ne joue plus de rôle mécanique [66]. Certains bétons de chanvre présentent une rupture tandis que les autres matériaux sont comprimés jusqu'à atteindre des niveaux de forces élevés sans rupture.

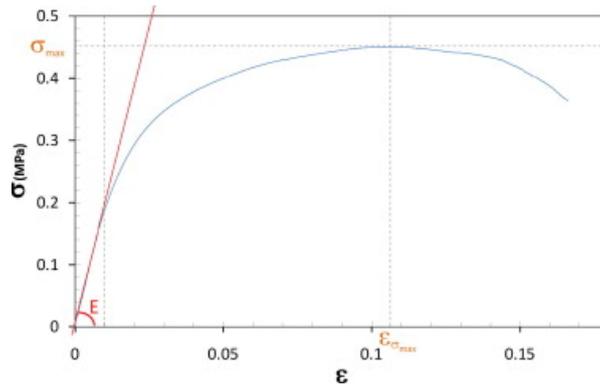


FIGURE 1.9 – Courbe contrainte déformation d'un béton de chanvre en compression parallèle au sens de fabrication des travaux de Arnaud et Gourlay [66]

Du fait de leur anisotropie, certains auteurs se sont intéressés aux propriétés des poreux sollicités en compression perpendiculairement au sens de fabrication. L'évolution typique de la contrainte en fonction de la déformation de matériaux poreux dans cette configuration est présentée à la figure 1.10. Le comportement des poreux fibreux est d'abord linéaire jusqu'à une force maximale avant une chute. Tout comme dans la sollicitation parallèle, la partie linéaire traduit une déformation élastique et peut être caractérisée par un module. Le pic de la courbe contrainte déformation correspond à la résistance en compression. Youssef et al. [67] montrent que la rupture de béton de chanvre dans cette configuration se fait en "accordéon". Ils expliquent que les couches de chènevotte, parallèles au sens de contrainte principale, s'effondrent par flambement.

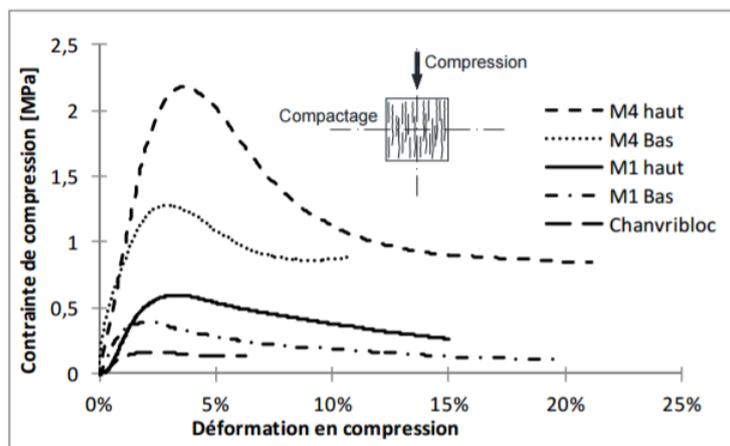


FIGURE 1.10 – Évolution typique de la courbe contrainte déformation en compression perpendiculaire à la direction de fabrication de bétons de chanvre fabriqués à partir de deux formulations de chaux. Le comportement des éprouvettes de l'étude est comparé à celui d'un bloc de brique de chanvre du commerce (*Chanvribloc*) [67].

1.2.2.2 Traction

Il est assez difficile de mettre en œuvre des essais de traction sur des matériaux poreux. En effet, du fait de la relative fragilité de ces matériaux, il est difficile de les serrer entre les ancrages d'une machine de traction. Ainsi, leur comportement en traction est souvent évalué par une sollicitation en flexion 4 points entre les appuis supérieurs, où il n'existe qu'un phénomène de traction - compression [41]. Toutefois, dans la littérature on trouve certains auteurs qui ont pu réaliser des essais de traction uni-axiale. C'est le cas de Mati-Baouche et al. [59], qui ont montré que l'augmentation du module de traction est, dans une certaine mesure, corrélée à l'augmentation du ratio résine/fibre. Bisaria et al. [68] qui ont sollicité en traction des composites jute/époxy, montrent qu'il existe une proportion massique fibre/résine optimale pour laquelle le module élastique est maximal. A partir d'un seuil, l'ajout de renfort n'améliore pas les propriétés mécaniques et est même susceptible de les dégrader en favorisant l'apparition de défauts dus à une mauvaise adhésion fibre/matrice.

De plus, la porosité influence dans une large mesure les propriétés en traction de ces matériaux. C'est ce qu'ont prouvé Merotte et al. [60] par l'analyse du comportement mécanique d'un composite thermocompressé lin/polypropylène à porosité contrôlée. Ils ont montré qu'à faible porosité (5%), la rupture est causée par la décohésion fibre/matrice, comme le confirment également Raska et al. [69]. A forte porosité (à partir de 60%), le comportement du composite est piloté par la faible adhésion entre les fibres, qui se résume à l'existence de points de colle entre celles-ci. Les ruptures apparaissent à ces endroits là. Par conséquent, les propriétés en traction des fibres ont un impact limité sur la tenue globale du composite.

Indépendamment des paramètres liés au mélange fibre/résine, d'autres auteurs soulignent l'influence de la teneur en humidité des fibres avant la mise en œuvre de composite sur les propriétés en traction. Berthet et al. [70] se sont intéressés aux composites à fibres de paille de blé. Leur étude consiste à mettre en œuvre, en compound, des fibres de paille de blé conditionnées à deux humidités relatives extrêmes, 0% et 98%. En dépit des différences micro-structurales observées au microscope électronique à balayage, les propriétés de traction sont similaires pour tous les composites. Ils montrent ainsi que la teneur initiale en humidité des fibres, en tout cas pour des valeurs extrêmement faibles et élevées, n'a pas une influence prédominante sur les propriétés en traction des composites de paille de blé/PHBV (poly-3-hydroxy butyrate-co-valerate).

1.2.2.3 Flexion

Les essais de flexion sont des sollicitations pertinentes en vue de déterminer les propriétés mécaniques de matériaux poreux. De façon générale la caractérisation des matériaux composites en flexion s'appuie la norme *ISO-1425* [71]. Elle fixe les conditions d'essais et détermine, par calcul, les propriétés élastiques et à rupture de ces derniers. La norme est généralement utilisée pour les composites denses et dont le rapport de forme (distance entre appui rapportée à l'épaisseur) est supérieur à 16. Cependant, du fait de la non existence de réglementation pour la caractérisation de matériaux poreux épais, des auteurs s'adossent à cette norme pour tester ce type de matériaux [72, 59, 41]. En parallèle, d'autres auteurs [65] ont utilisé la norme *NF EN 196-1* [73] relative à la caractérisation de mortier de ciment. C'est ainsi que la plupart d'entre eux présentent des courbes force/déplacement et déduisent les propriétés des matériaux (rigidités, forces et déplacements maxima). Toutefois, quelques-uns d'entre eux ont calculé des contraintes, modules et déformations de flexion à partir de la norme *ISO-1425*. L'évolution typique de la courbe force/déplacement ou contrainte/déformation des matériaux poreux présente une partie linéaire jusqu'à un maximum suivie d'une chute brutale (figure 1.11). Tout comme en compression, la déformation élastique est caractérisée et le module de flexion est mesurable sur la pente de la partie linéaire. La chute brutale de la force traduit un comportement fragile du poreux. Quelques valeurs de modules de flexion, tirées de la littérature sont résumées au tableau 1.7.

Conformément aux résultats obtenus en compression, El Hajj et al. [42] montrent que la rigidité ainsi que la contrainte à la rupture en flexion 3 points augmentent quand le diamètre des fibres diminue, pour les mêmes raisons que celles évoquées au paragraphe 1.2.2.1. Toutefois, Bisaria et al. [68], qui ont étudié le comportement en flexion 3 points des composites jute/époxy, ont mis en évidence un effet cloche de la longueur des fibres sur la résistance en flexion. En effet, sur un panel de longueurs de fibres comprises entre 5 et 20 mm, ils notent un optimum de la résistance en flexion pour les fibres de longueur 15 mm. De plus, Le et al. [41] ont démontré que la résistance à la traction, en flexion 4 points, des matériaux poreux diminue linéairement avec l'augmentation de la quantité de fibres suivant l'équation 1.2 où σ_{tmax} , k et F/R sont respectivement la contrainte maximale et un coefficient obtenus expérimentalement et le ratio fibre/résine .

$$\sigma_t = \sigma_{tmax} - k \left(\frac{F}{R} \right) \quad (1.2)$$

Par ailleurs, El Hajj et al. [65], montrent qu'une augmentation du taux de compactage de 33% (mesuré à partir des densités des matériaux) provoque une baisse de 28% de la force de rupture en flexion des composites à fibres courtes de lin autoliées. Ces phénomènes s'expliquent par un changement de la microstructure du matériau et particulièrement de la porosité. En effet, le taux de porosité a un effet considérable sur le module et sur la résistance à la flexion. He et al. [72] ont mis en évidence cette influence sur les propriétés en flexion 3 points de matériaux poreux composés de fils titane enchevêtrés (figure 1.11). Ils ont montré que plus la porosité augmente plus les modules et contraintes à la rupture se dégradent.

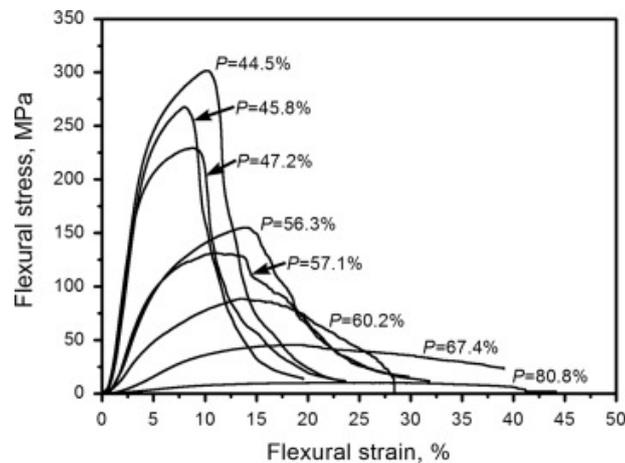


FIGURE 1.11 – Courbes contrainte-déformation en flexion 3 points de matériaux en titane enchevêtrés avec divers taux de porosité [72]

Ainsi, les propriétés des poreux à fibres végétales sont essentiellement dépendantes des paramètres de fabrication, des proportions de mélange et de la géométrie de la fibre. Ce constat est notable pour n'importe quel type de sollicitation mécanique. Le tableau 1.7 présente les valeurs des modules de flexion et de compression de matériaux poreux à fibres végétales. La littérature fait état de la description des phénomènes observés lors de la caractérisation de matériaux poreux. Toutefois, les auteurs s'accordent peu sur les origines de ces phénomènes.

1.2.3 Propriétés acoustiques

La caractérisation acoustique des matériaux poreux se fait classiquement par la détermination de l'absorption acoustique et des pertes en transmission. Ces grandeurs sont calculées à partir de mesures d'impédance acoustique. On considère un matériau poreux comme homogène et isotrope, un matériau dont les pores forment un réseau interconnecté et ouvert vers l'extérieur. L'absorption acoustique est obtenue dans la configuration où le matériau est adossé à une paroi rigide et est traversé par une onde plane. On définit le coefficient de réflexion (R) à la

surface du matériau comme étant le rapport entre les pressions incidente (p_I) et réfléchi (p_R). Par exemple, au point M situé à la surface du matériau (figure 1.12) le coefficient de réflexion $R(M)$ s'exprime suivant l'équation (3.8).

$$R(M) = \frac{p_R(M, t)}{p_I(M, t)} \quad (1.3)$$

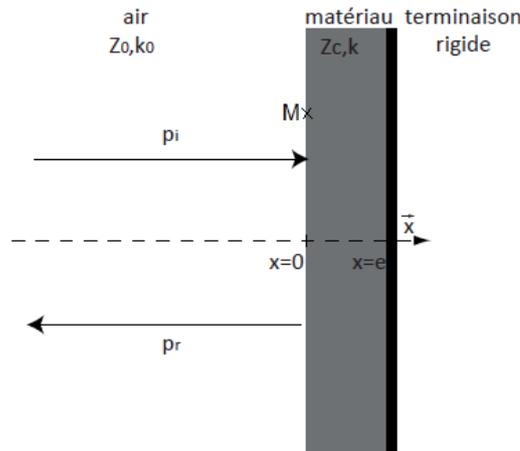


FIGURE 1.12 – Milieu poreux, adossé à une terminaison rigide, soumis à une onde acoustique plane se propageant en incidence normale dans la direction x [74].

De plus ce coefficient qui ne dépend pas du temps, peut s'écrire suivant l'équation (1.4) où Z_c et Z_0 sont respectivement les impédances caractéristiques dans le milieu poreux et dans l'air, autrement dit la résistance au passage de l'onde dans le matériau ou dans l'air.

$$R(M) = \frac{Z_c(M) - Z_0}{Z_c(M) + Z_0} \quad (1.4)$$

Ainsi, connaissant les impédances caractéristiques des différents milieux, il est possible d'obtenir le coefficient de réflexion et par conséquent, le coefficient d'absorption (α) associé par la relation (1.5).

$$\alpha(M) = 1 - |R(M)|^2 = 1 - \left| \frac{Z_c(M) - Z_0}{Z_c(M) + Z_0} \right|^2 \quad (1.5)$$

D'autre part, d'autres grandeurs liées aux phénomènes de dissipation visco-inertielle et thermique permettent, à l'aide d'un modèle de propagation des ondes acoustiques dans des matériaux poreux, de décrire leur comportement [75]. Elles peuvent également être considérés pour l'interprétation de phénomènes physiques.

Depuis quelques années, de nombreux auteurs ont également étudié les propriétés acoustiques des matériaux poreux à base de fibres végétales [41, 42, 56, 65, 76]. Les auteurs ont montré que les paramètres liés au procédé de fabrication, à la géométrie des fibres et aux proportions fibre/liant influencent l'absorption sonore des composites.

1.2.3.1 Effet de la géométrie des fibres sur l'absorption acoustique

Bien qu'il soit accepté que la longueur des fibres a une influence sur les propriétés mécaniques des composites poreux à fibres végétales (section 1.2.2), on peut s'attendre à ce qu'il en soit de même sur les propriétés acoustiques. Le et al. [1] ont montré que l'absorption acoustique augmente avec la longueur des fibres de bétons de chanvre/chaux. Ce constat est également partagé par El. Hajj et al. [65], qui ont noté une augmentation de 16 % du coefficient d'absorption des composites de fibres de longueur 10 mm par rapport à ceux fabriqués à partir de fibres de 2 mm pour une épaisseur de 5 cm. Dans une autre étude, sur des composites lin/résine protéinique [42], ils ont confirmé le même phénomène. Toutefois, il semble que cette tendance ne soit notable que sur les composites. En effet, Glé et al. [56] ont montré la tendance inverse sur des échantillons composés uniquement de fibres. L'absorption acoustique augmente quand le diamètre de fibres diminue.

1.2.3.2 Effet du taux massique de fibres sur l'absorption acoustique

Tous les auteurs s'accordent sur le fait qu'une augmentation du taux massique de fibres augmente l'absorption acoustique des matériaux [77, 76, 42, 41]. Cependant, cette tendance est moins marquée en moyennes (250 à 500 Hz) et hautes fréquences (supérieures à 500 Hz), selon les observations de Le et al. sur des composites chanvre/amidon [41]. De plus, ce phénomène est manifeste pour des valeurs élevées de masses volumiques des matériaux. C'est le constat que font Putra et al. [8] sur des composite bagasse/polyuréthane et bagasse/polyester. Ils montrent que la masse volumique est un facteur influent puisqu'en triplant la masse de fibres dans le composite et en gardant les mêmes proportions fibres/résine, ils observent à certaines fréquences, comprises entre 500 et 4500 Hz, une absorption multipliée par 3. Cette corrélation s'explique, selon les auteurs, par une augmentation de la résistance au passage de l'air et l'accroissement de la complexification de la tortuosité. En effet, Pelegrinis et al. [78] montrent que l'absorption acoustique, entre 100 et 1600 Hz, dépend fortement de plusieurs paramètres notamment la résistivité au passage de l'air.

1.2.3.3 Effet de la porosité sur l'absorption acoustique

Lorsqu'une onde acoustique se propage dans un milieu poreux, les phases solides et fluides (air) sont mises en mouvement et des interactions entre structure et fluide génèrent de la dissipation [75]. De ce fait, la porosité est l'une des clés de l'absorption acoustique. Le taux volumique

de porosité d'un matériau peut être calculé à partir de l'expression (1.6) dans laquelle ρ_c , ρ_f et ρ_r représentent les masses volumiques respectives du composite, des fibres et de la résine. M_f correspond au taux massique de fibres.

$$V_p = 1 - \rho_c \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{1 - M_f}{\rho_r} \right) \quad (1.6)$$

Cette expression rappelle que la porosité dépend de la masse volumique du matériau composite qui est elle-même liée au taux de compactage. Ainsi, Merotte et al. [60] ont mis en évidence l'influence de la porosité sur des composites lin/polypropylène fabriqués par thermo-compactage en faisant varier la porosité de 5 à 70 %, par accroissement de la pression de compactage. Ils ont réalisé des mesures à l'aide d'un tube à impédance sur des éprouvettes cylindriques de diamètre 44 mm et d'épaisseur 5 mm. Ils notent qu'un matériau dont la porosité est comprise entre 5 et 30 % est quasi-réfléchissant avec une absorption inférieure à 0,05 tandis que l'absorption acoustique d'un matériau totalement absorbant est égale à 1. Néanmoins, ils obtiennent une absorption moyenne de l'ordre de 0,5, pour une porosité de 60%. Une analyse d'images par microscope électronique à balayage a révélé une tortuosité et une connectivité du réseau poreux des composites de 60 % de porosité, qui n'existe pas pour les matériaux à 5 et 30 %. Ainsi, la microstructure explique l'augmentation de l'absorption sonore par dissipation d'énergie [79].

De plus, Glé et al. établissent un lien direct entre le degré de compactage et l'absorption acoustique. Ils ont montré que l'augmentation du taux de compactage tend à réduire l'absorption acoustique des bétons de chanvre/chaux sur une plage de fréquences inférieures à 2 kHz. De même, Doost et al. [7] ont noté que l'augmentation de la densité (300 à 500 $kg.m^{-3}$) d'un panneau composite bagasse/urée-formaldéhyde, diminue l'absorption du son dans la même gamme de fréquences. La présence de cavités d'air dans les composites de faibles densités a provoqué la dissipation de l'onde sonore. Le tableau 1.7 concentre, de façon non exhaustive, quelques valeurs d'absorption maximale de matériaux composites poreux en fonction de leur masse volumique et l'ensemble des références utilisées dans cette première de l'état de l'art.

Essais												
Matériaux	M_f (%)	ρ ($kg \cdot m^{-3}$)	Procédé	Compression	Traction	Flexion	Acoustique	$E_{Flex.}$ (MPa)	$E_{Comp.}$ (MPa)	α_{max}	$F_{\alpha_{max}}$ (Hz)	Références
Lin	-	180-225	Comp.	x		x	x	0,15 - 0,3	1,42	0,85	2750	[65]
	30 - 50		Thermo comp			x	x	-	-	0,53	100	[42]
Chauvre	10 - 50	900 - 1200	Thermo comp		x		x			0,47	4220	[60]
	85 - 93	156 - 167,5	Comp.	x		x	x	0,08 - 0,13	1,30 - 2,04	0,75	800 - 2000	[41, 1]
	20	360	Comp.	x		x		0,2	-			[63]
	9 - 28	476,93	Comp.	x				-	40,72			[66]
Lin	22 - 47	430 - 607	Comp.	x		x		0,7 - 1,2	-			[80]
	35 - 65	816 - 920	Comp.	x					120			[57]
	17	310 - 420	Comp.						-			[67]
Bagasse	20 - 75	-	Thermo comp		x	x		1136 - 2673		0,9	500 - 600	[56]
	88	300 - 500	Thermo comp			x	x			0,8	2000	[6]
Autres fibres	60 - 90	1,54	Thermo comp				x			0,78	4500	[7]
	4,3 - 15,3	150 - 200	Comp	x	x	x	x	250	25	0,2	2500 - 4000	[8]
Autres fibres	30		Thermo comp		x	x		7660				[59]
	40	233 - 245	Thermo comp		x							[68]
	-	-	Thermo comp				x			0,7	6000	[70]
	50	-	Thermo comp			x	x	108 - 356		0,9	6000	[76]
												[81]

TABLEAU 1.7 – Récapitulatif des propriétés mécaniques et acoustiques matériaux à fibres végétales référencés dans la littérature.

1.3 Conclusion

Il ressort de cette étude bibliographique plusieurs avantages à intégrer les fibres végétales et particulièrement celles de canne à sucre dans la fabrication de matériaux composites poreux. Leurs bonnes propriétés spécifiques, leur faible coût et leur disponibilité en font une solution intéressante pour le développement de matériaux structurels légers et multi-fonctionnels. Par ailleurs, la nature végétale des fibres induit une variabilité de leurs propriétés morphologiques et hygrométriques. De plus, la littérature fait état de nombreuses études dans lesquelles les matériaux poreux à fibres végétales ont été caractérisés. Si leurs propriétés mécaniques sont relativement bien connues, les auteurs s'accordent peu sur les origines des phénomènes observés. L'instrumentation des essais mécaniques dans ces travaux de recherche permettront d'éclairer la compréhension de ces phénomènes. En outre en raison de la forte porosité de ces matériaux beaucoup d'auteurs se sont intéressés à leurs propriétés acoustiques. Ils se révèlent être de bons absorbants acoustiques. On note toutefois la difficulté de ces auteurs à établir un lien phénoménologique entre les propriétés mécanique-acoustique de ces poreux fibreux. Dans ces travaux nous nous y intéresserons afin d'optimiser les propriétés mécaniques et acoustiques des composites bagasse/époxy.

Chapitre 2

Matériaux et Procédés pour la réalisation d'un poreux fibreux

L'étude des relations entre les propriétés des composites et leur microstructure nécessite une bonne connaissance des constituants des matériaux ainsi que du procédé de fabrication. C'est ainsi que, ce chapitre traitera, dans un premier temps, de la caractérisation morpho-hygrogravimétrique des fibres de bagasse. Dans un second temps, une description du protocole de fabrication sera donnée.

2.1 Plans d'expériences

Tout d'abord, nous introduisons les plans d'expériences car ils seront utilisés pour la caractérisation hygroscopique des fibres et pour la fabrication des matériaux, dans la suite de l'étude.

L'utilisation des plans d'expériences pour la réalisation d'essais est assez courante dans les domaines de recherche pharmaceutique, chimique, biologique, matériaux, pour ne citer que ceux-là [35, 82, 83, 84]. Cette méthodologie donne les conditions expérimentales qui permettent la détermination optimale des résultats d'essais en minimisant le nombre de tests. Elle permet d'établir des polynômes de réponses empiriques décrivant, par interpolation des mesures, les solutions analytiques dans un domaine expérimentale [85]. Parmi les nombreux plans d'expériences, les plans de Doehlert se caractérisent par une répartition uniforme des points d'essais dans le domaine expérimental. Par exemple, pour deux facteurs d'entrée, les points expérimentaux sont situés aux sommets d'un hexagone régulier contenant un point central, comme illustré dans la figure 2.1. La répartition régulière des points facilite l'extension du plan dans toutes

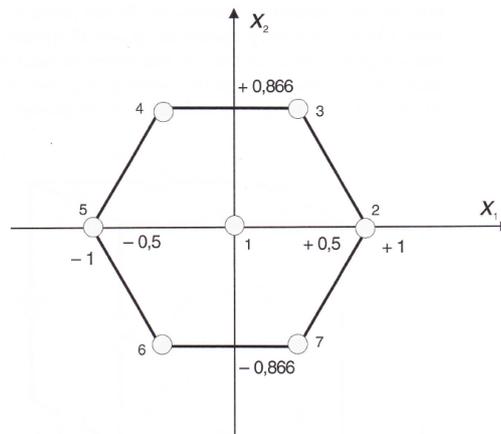


FIGURE 2.1 – Répartition des points expérimentaux dans un plan de Doehlert à deux facteurs [85].

les directions de l'espace. Ainsi, il est possible d'introduire d'autres points par de nouvelles expériences afin d'enrichir la modélisation de la surface de réponse.

Les plans de Doehlert permettent d'identifier des polynômes du second ordre dont l'expression mathématique a la forme de l'équation (2.1), dans laquelle Y représente la réponse mesurée et les variables codées x_i , sont associées aux k facteurs d'entrée. Les coefficients b_0 , b_i et b_{ii} correspondent respectivement à la valeur de la réponse au centre du domaine, aux termes du premier et du second ordre aux non-linéarités. Les b_{ij} traduisent les interactions entre deux variables d'entrée. Les variables exprimées en coordonnées réduites, sont normalisées et centrées à l'intérieur de l'intervalle $[-1; 1]$ et prennent en particulier, les valeurs du tableau 2.1 lorsque deux facteurs sont étudiés.

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k b_{ij} x_i x_j \quad (2.1)$$

2.2 Fibres de canne à sucre

Les fibres de bagasse étudiées sont fournies par la sucrerie *Le Galion* de la Martinique. L'essentiel des tiges de canne à sucre a été récolté en avril 2014 dans la partie nord de l'île de la Martinique. Bien que la bagasse utilisée dans cette étude soit issue d'une douzaine de variétés de cannes à sucre, elle est majoritairement (à 80%) composée de la "*saccharum officinarum*", variété la plus présente dans le voisinage de l'usine.

D'une longueur moyenne de 3 mètres, les tiges de canne à sucre sont coupées, dans l'usine, en tronçons de 10 cm en moyenne puis déchiquetées par un shredder constitué d'une série de

Essais n°	Facteur 1	Facteur 2
1	0	0
2	1	0
3	0.5	0.866
4	-0.5	-0.866
5	-1	0
6	-0.5	-0.866
7	0.5	-0.866

TABLEAU 2.1 – Nombre de tests et valeurs réduites des facteurs dans un plan de Doehlert à deux facteurs.

marteaux et d'une enclume. Les morceaux de canne sont ensuite broyés pour en extraire le jus, qui sera transformé en saccharose. La bagasse est le résidu fibreux issu de cette opération. Par conséquent, la matière obtenue est constituée d'une large variété de particules, de la fibre individuelle au faisceau de fibres.

2.2.1 Tamisage et proportions massiques

En raison de leur importante hétérogénéité, les particules ont été séparées en cinq classes par tamisage à travers une série de quatre tamis successifs de mailles carrées de taille 0,5 ; 1 ; 2 et 4 mm. Ils ont été empilés par ordre croissant sur un tamiseur *Tamiseur Siebtechnik ASM 200* schématisé dans la figure 2.2. Le tamisage se fait par la vibration de l'assemblage plateau/tamis à 50 Hz, avec une amplitude et une durée fixées. La figure 2.2 précise également la nomenclature de chaque classe de fibres nommée par B (faisant référence à la bagasse) suivi de la taille de tamis inférieure.

Dans cette étude, les particules passant au travers des mailles de 0,5 mm sont éliminées. Leur faible dimension ne permet pas la fabrication de composites aux propriétés mécaniques suffisantes et pourraient nuire à l'absorption acoustique. Ainsi, la bagasse étudiée est composée de toutes les fibres qui restent au dessus du tamis de 0,5 mm (figure 2.3), dont la nomenclature est résumée dans la figure 2.2. Les particules traversant le tamis 0,5 mm peuvent être revalorisées comme charge dans des résines comme les travaux de Putra [8], Doost [7] et Cao [6] l'ont prouvé.

Une étude préliminaire a été menée afin de déterminer le cycle de tamisage le plus adapté

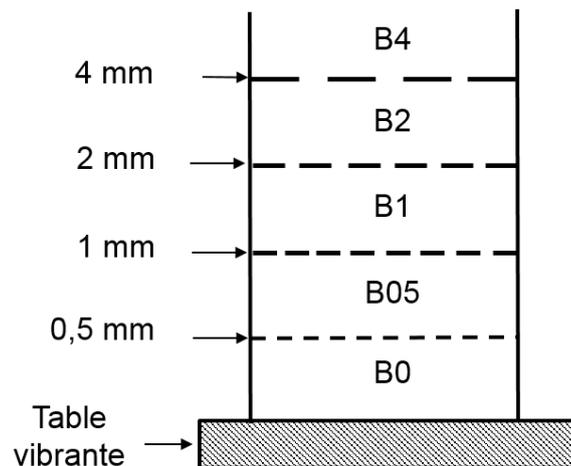


FIGURE 2.2 – Classes de fibres issues du tamisage et nomenclature.

à l'élaboration des classes de fibres en vue de la mise en œuvre des composites. En effet, la compréhension des phénomènes physiques suppose une bonne maîtrise du procédé de fabrication et par conséquent une bonne connaissance du procédé de tamisage. Huit cycles comprenant quatre amplitudes de tamisage (1 ; 1,5 ; 2 ; 2,5 mm) pendant respectivement 3 min et 6 minutes ont été réalisés. Les essais ont été réalisés trois fois. L'efficacité de ces cycles a été évaluée à partir de la mesure des proportions massiques des classes de fibres, définies comme le rapport entre la masse de la classe considérée et la masse totale de particules. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 2.2. Les figures 2.4 et 2.5 montrent respectivement l'influence de l'amplitude et de la durée de tamisage sur les proportions massiques des classes de fibres. Pour deux cycles de tamisage différents, et pour un volume de fibres équivalent, on définit comme optimal le cycle de tamisage qui minimise les proportions massiques des classes B1, B2 et B4 et maximise celle de la classe B05. Les fibres passant au travers des différentes grilles se retrouvent dans la dernière classe B05. Sur la figure 2.4, les proportions massiques des classes B1, B2 et B4 diminuent respectivement de 2,46, 0,68 et 7,59 % quand l'amplitude est multipliée par 2,5 pour un temps fixé à 6 minutes alors que celle de B05 augmente de 5,3 % dans les mêmes conditions. De plus, la figure 2.5 montre que pour une amplitude fixée, l'augmentation de la durée améliore la qualité du tamisage. Ainsi, il ressort de cette analyse qu'une augmentation de la durée de tamisage associée à une forte amplitude assure une bonne qualité de tamisage. Idéalement les fibres devraient être tamisées à une amplitude maximale et un temps suffisamment long. Cependant pour des contraintes d'usure de matériel et de gain de temps, un compromis a été choisi avec une amplitude de 2 mm et une durée de 6 minutes. Dans cette étude, toutes les fibres ont été tamisées dans ces conditions. Le tableau 2.3 et la figure 2.6 concentrent les



FIGURE 2.3 – Fibres de bagasse tamisées (a) B0 (b) B05 (c) B1 (d) B2 (e) B4 et (f) BE.

proportions massiques des classes de fibres pour la bagasse d'étude, sans les particules traversant le tamis 0,5 mm, ainsi que la bagasse en vrac tamisées avec une amplitude de 2 mm et pendant 6 minutes.

Temps (min)	Amplitude (mm)	B05 (%)	B1 (%)	B2 (%)	B4 (%)
3	1	21,24 (3,35)	25,32 (1,52)	13,94 (1,94)	19,82 (7,43)
	1,5	22,77 (0,59)	25,55 (1,20)	15,56 (1,90)	15,69 (1,72)
	2	23,02 (1,25)	26,25 (1,14)	15,10 (1,06)	14,61 (2,39)
	2,5	24,88 (0,20)	24,83 (0,75)	15,81 (0,79)	13,90 (1,58)
6	1	22,59 (0,50)	23,12 (1,49)	14,20 (1,39)	19,45 (1,98)
	1,5	24,86 (1,24)	22,33 (1,86)	15,70 (0,85)	15,60 (3,03)
	2	26,24 (0,30)	23,11 (0,95)	14,87 (1,84)	14,26 (0,45)
	2,5	27,89 (1,22)	20,66 (0,65)	13,52 (1,40)	11,86 (2,16)

TABLEAU 2.2 – Proportions massiques des classes de fibres et écart-types entre parenthèses en fonction de la durée et de l'amplitude de tamisage.

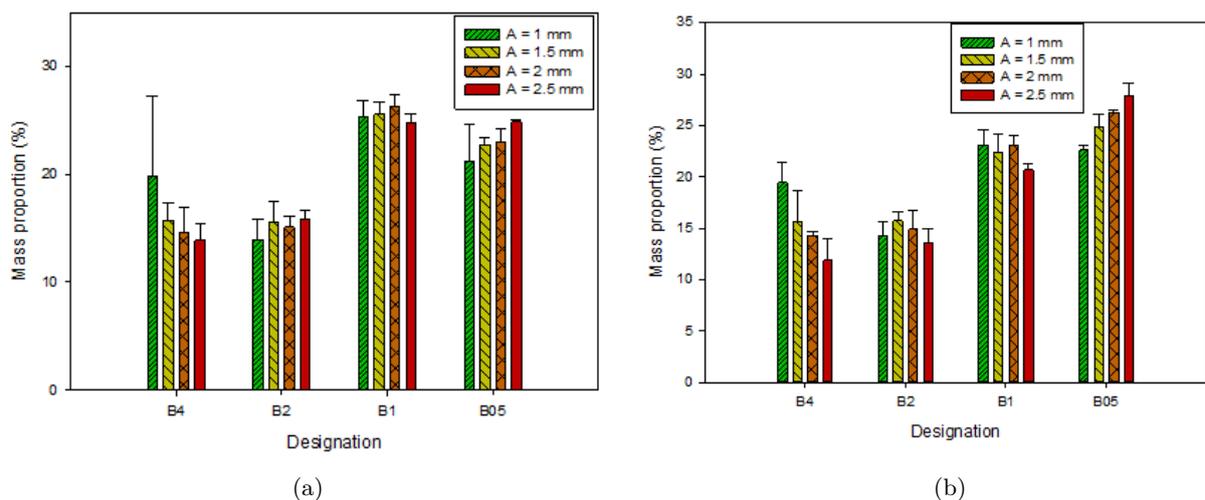


FIGURE 2.4 – Proportions massiques des classes de fibres à différentes amplitudes et à (a) 3 et (b) 6 min.

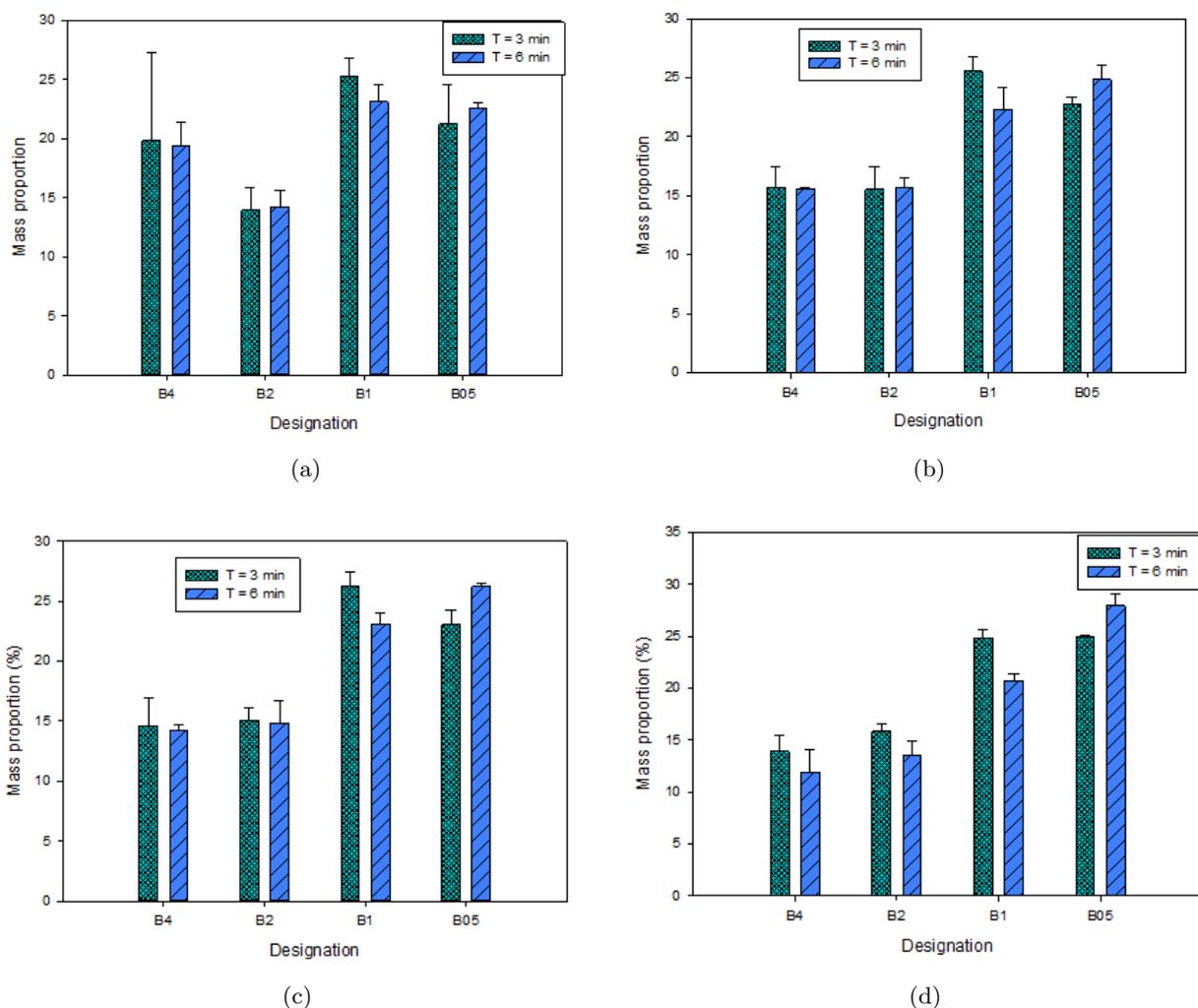


FIGURE 2.5 – Proportions massiques des classes de fibres à différents temps et amplitude fixée
(a) 1 (b) 1,5 (c) 2 et (d) 2,5 mm.

	B0	B05	B1	B2	B4	
Prop. mass. (%)	BV	21 (2,5)	23 (2,0)	25 (1,8)	15 (1,3)	16 (3,3)
	BE	-	28 (3,1)	32 (2,2)	19 (1,5)	21 (3,4)
Masse (kg)	15	16	18	11	12	

TABLEAU 2.3 – Proportions massiques des classes de fibres et écart-types entre parenthèses.
Quantité de matière disponible pour l'étude.

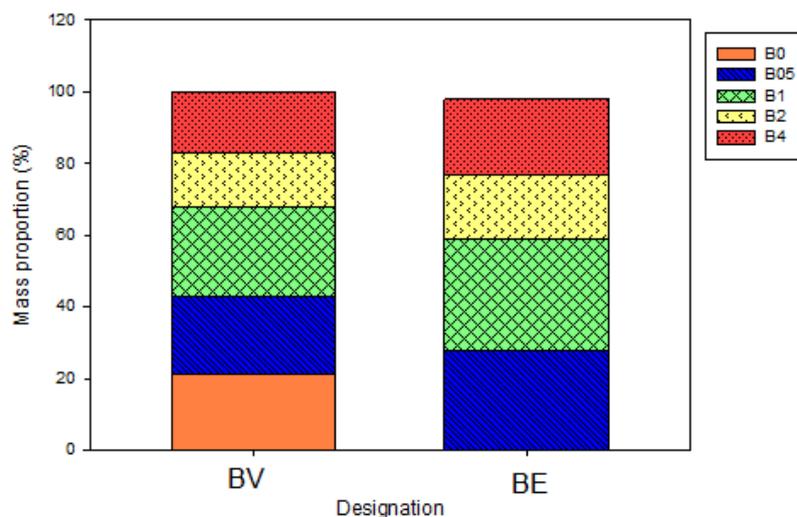


FIGURE 2.6 – Proportion en masse de la bagasse d'étude et bagasse en vrac, avant et après élimination des particules inférieures à 0,5 mm.

2.2.2 Caractérisation morphologique

La caractérisation morphologique des fibres est faite par analyse d'images en deux dimensions. Le principe consiste à mesurer les longueurs, largeurs et à calculer les facteurs de forme et aires des fibres de bagasse à l'aide d'un utilitaire libre (*ImageJ*). Il faut toutefois noter que l'utilisation de cette méthode reste limitée, puisqu'elle suppose des hypothèses sur la forme des fibres et qu'aucune information n'est obtenue sur leur épaisseur. Par ailleurs, cette méthode impose un temps de mise en place des fibres relativement important.

Afin d'assurer la robustesse de la méthode, un protocole de mesure impose que le lot de bagasse est tout d'abord mélangé manuellement, afin d'en assurer une bonne homogénéité. Ensuite un échantillon représentatif d'environ sept grammes de fibres est prélevé. Puis les fibres sont étalées individuellement sur des feuilles de papier calque sur leur plus grande section, en évitant toute superposition. Ces feuilles sont ensuite placées sur un rétroprojecteur pour favoriser un éclairage plat et de minimiser l'apparition d'ombres. Enfin des images sont prises à l'aide d'un appareil photo numérique monté sur trépied.

2.2.2.1 Validation des mesures

En vue de déterminer la modélisation la plus adaptée à la forme des fibres de canne à sucre, trois types d'adaptations proposés par le logiciel (de Féret, rectangulaire et elliptique) sont testés. Les images typiques de la figure 2.7 illustrent les défauts de chacune des trois

	Adaptation rectangulaire	Adaptation elliptique	Adaptation de F�eret
Erreur L (%)	14,7 (208,8)	31,0 (100,4)	30,1 (168,4)
Erreur l (%)	-137,3 (-113,4)	-6,4 (-408,4)	-54,5 (-78,8)

TABLEAU 2.4 – Sur-estimation et sous-estimation des dimensions des fibres selon une m ethode d’analyse d’images dans le plan. Coefficient de variation (COV) entre parenth eses.

approches. En effet, l’approximation de F eret consiste   mesurer la plus grande longueur et largeur perpendiculaire de la particule. Afin d’ valuer l’erreur faite par l’approximation, quelques

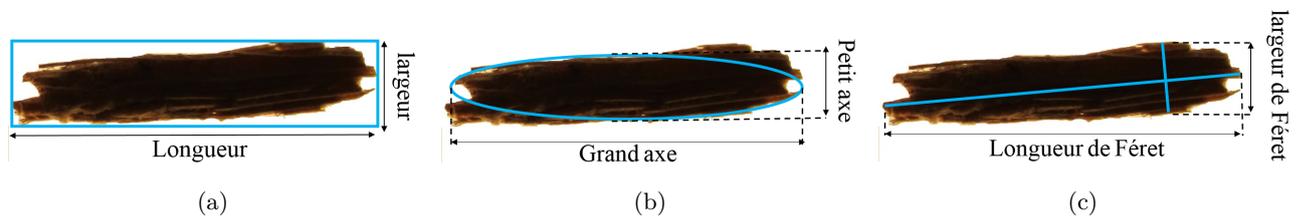


FIGURE 2.7 – Adaptations propos ees par le logiciel : rectangulaire (a) elliptique (b) et de F eret (c).

fibres ont  t  s electionn ees et mesur ees. Puis des images de ces fibres ont  t  prises et trait ees   partir des trois adaptations propos ees par le logiciel. Les valeurs de longueurs et largeurs des fibres mesur ees et approxim ees ont  t  compar ees entre elles. Le tableau 2.4 rapporte les erreurs d’estimation des diff erentes approches par rapport aux dimensions r eelles. Les valeurs n egatives indiquent une sous-estimation et les valeurs positives une sur-estimation des valeurs r eelles. Il ressort que l’approximation elliptique est la plus faible et la plus apte   d ecrire g eom etriquement la morphologie des fibres. Dans la suite des mesures, les grands et petits axes des ellipses seront respectivement appel es longueur (L) et diam etre (d) des fibres.

2.2.2.2 R esultats

Le traitement d’images consiste   binariser les images par l’identification des pixels contigus comme appartenant   une m eme fibre (figure 2.8). Les nombres, dimensions et aires des fibres sont d etermin es automatiquement par adaptation elliptique. C’est pour cela qu’il est important d’individualiser les fibres.

La figure 2.9 pr esente les distributions en longueur, diam etre, aire et facteur de forme. Ce dernier est d efini comme le rapport entre la longueur et le diam etre des fibres. L’ tude statistique

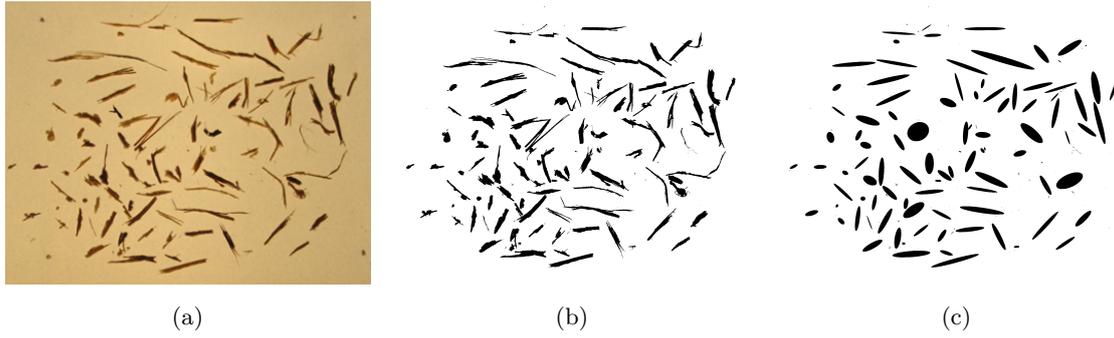


FIGURE 2.8 – Caractérisation morphologique des fibres B1 par analyse d’images a) image d’origine b) image binarisée et c) adaptation elliptique.

a été réalisée sur 5658 particules. La distribution en longueur et en diamètre des fibres de bagasse (BE) sont respectivement comprises entre 0,37 et 76,86 mm et entre 0,08 mm et 21,63 mm (figure 2.9a et 2.9b) avec une valeur moyenne en longueur de 6,34 mm, en diamètre de 1,04 mm et de facteur de forme de 7,43. Les distributions exhaustives en longueur, diamètre, facteur de forme et aire des fibres par classe de tamis sont présentées en annexe 5.2.

Les lois normale (équation(2.2)) et log-normale (équation(2.3)) dans lesquelles μ et σ sont respectivement la moyenne et l’écart type, ont servi à approcher les distributions des fibres. Le tableau 2.5 résume les valeurs des paramètres statistiques de ces adaptations. Au regard de ces résultats, on peut affirmer que les distributions en longueur, diamètre et facteur de forme suivent préférentiellement une loi log-normale.

$$f(x; \mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2} \quad (2.2)$$

$$f(x; \mu, \sigma) = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi x}} e^{-\left(\frac{\ln x - \mu}{2\sigma}\right)^2} \quad (2.3)$$

Afin de comprendre le processus de sélection des fibres par tamisage, les valeurs moyennes et écart-types des longueurs et diamètres des fibres en fonction de la taille des mailles de tamis sont tracées dans les figures 2.10. On observe que les longueurs et diamètres moyens des classes de fibres augmentent linéairement avec les tailles de mailles de tamis. D’ailleurs, l’uniformisation des facteurs de forme moyens, observée dans la figure 2.10b, confirme ce constat. Par conséquent, quelle que soit la classe de fibres considérée, on peut remarquer qu’en moyenne les fibres ont une longueur environ 7,5 fois supérieure à leur diamètre.

Les fortes amplitudes des distributions observées sur les histogrammes de distribution (figures

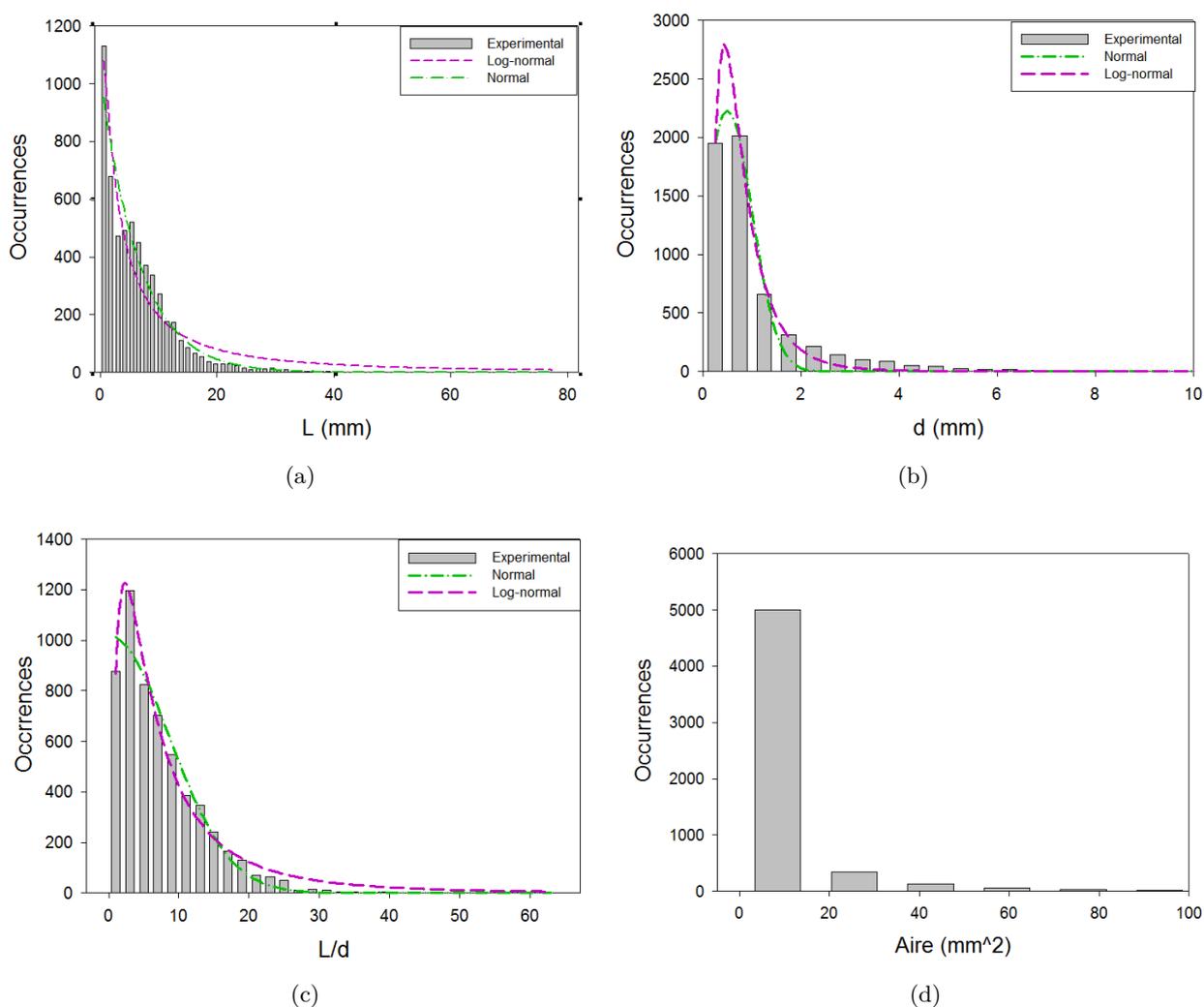


FIGURE 2.9 – Distribution géométrique des fibres de bagasse (BE) (a) longueur (b) diamètre (c) facteur de forme et (d) aire.

Loi	Paramètre	L (mm)	d (mm)	L/d
Normale	R^2	0,95	0,99	0,97
	μ	$-1,82 \cdot 10^{-7}$	$1,79 \cdot 10^{-4}$	$3,92 \cdot 10^{-4}$
	σ	$4,27 \cdot 10^{-8}$	$1,79 \cdot 10^{-4}$	$3,92 \cdot 10^{-4}$
Log-normale	R^2	0,94	0,99	0,99
	μ	$2,33 \cdot 10^{-4}$	$1,63 \cdot 10^{-4}$	$1,56 \cdot 10^{-4}$
	σ	$1,96 \cdot 10^{-4}$	$2,64 \cdot 10^{-4}$	$8,49 \cdot 10^{-5}$

TABLEAU 2.5 – Paramètres statistiques des lois normale et log-normale des distributions géométriques de la bagasse.

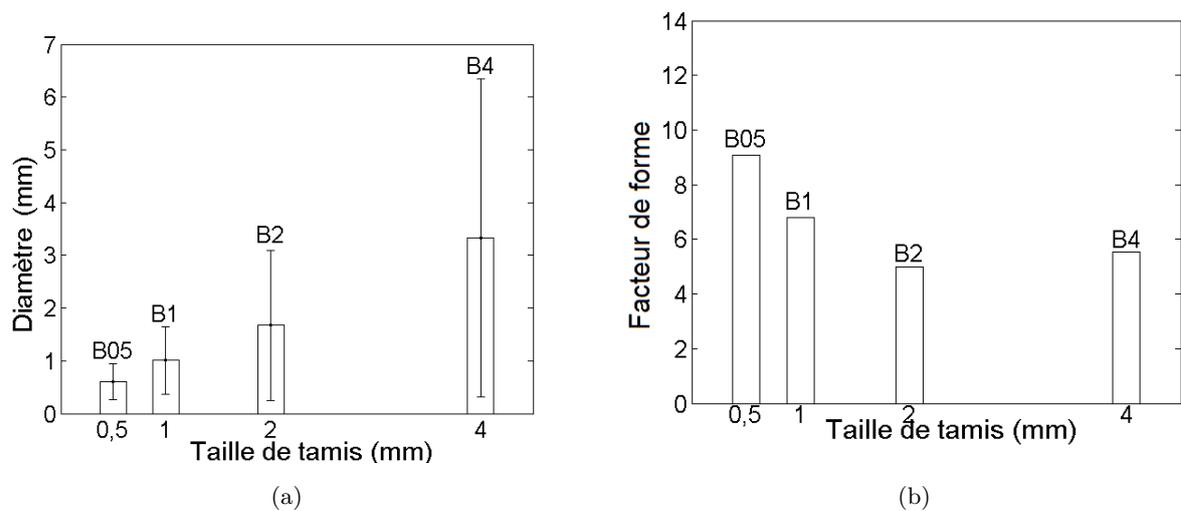


FIGURE 2.10 – Géométrie moyenne en fonction de la taille de maille de tamis (a) diamètre et (b) facteur de forme.

2.9a et 2.9b) sont vraisemblablement liées à la localisation des fibres dans la tige de canne à sucre. On peut penser que les petites fibres proviennent du cœur de la canne, plus mou, tandis que les longues fibres sont issues de l'écorce, plus résistante (figure 1.2). Avec une longueur moyenne de fibres de 6,34 mm, la bagasse est considérée comme un renfort à fibres courtes. L'étude des distributions en largeur des fibres par classes de tamis montre que l'opération de tamisage permet de sélectionner les fibres essentiellement par leur diamètre. Ce résultat confirme l'hypothèse selon laquelle les fibres passent verticalement à travers les différentes mailles de tamis successifs. Toutefois, les écart-types élevés des moyennes de diamètres sont dus au processus de tamisage. L'analyse du cycle de tamisage montre qu'un cycle plus long avec une amplitude de vibration plus importante permet de réduire ces variations pour chaque classe de tamis. Ainsi, la mise en œuvre de bagasse préalablement tamisée dans la fabrication des composites poreux, permettra d'identifier l'influence des dimensions des fibres sur les propriétés macroscopiques du matériau.

2.2.3 Étude hygrométrique

Les fibres de bagasse sont des fibres naturelles. Elles sont par conséquent sensibles aux conditions hygrométriques de leur environnement de stockage. Le caractère hydrophile de la bagasse est étudié subséquemment.

2.2.3.1 Désorption

Les fibres ont été conservées dans des bacs de 5 kg pendant 12 mois à une température comprise entre 20 °C et 25 °C et à une humidité relative située entre 30% et 60 % au sein du laboratoire. Environ 20 grammes de fibres sont étuvés puis pesés successivement environ toutes les 15 minutes pendant les trois premières heures puis toutes les 30 minutes jusqu'à la stabilisation. La perte en masse est ensuite calculée par l'équation (2.2.3.1), où (M_i) est la masse initiale et (M_t) est la masse à l'instant t. Le but est de déterminer la cinétique de désorption et le pourcentage maximal de perte de masse aux différentes températures d'étuvage 60, 100 et 120 °C. Cette mesure permet d'obtenir la valeur de la masse sèche de la fibre et ainsi de calculer la teneur en eau de la fibre. Bien que la figure 2.11 présente les mesures effectuées sur un essai, la reproductibilité des essais a été validée par plusieurs essais pour chaque température.

$$Perte(\%) = \frac{M_i - M_t}{M_i} \quad (2.4)$$

Le comportement asymptotique observé dans la figure 2.11 indique une stabilité de perte de masse des fibres d'environ 8% au bout d'un certain temps. Pour une même température de séchage, toutes les classes de fibres semblent perdre la même proportion en masse. Cette perte identique indique que toutes les classes de fibres ont absorbé en proportion la même quantité d'eau présente dans leur environnement. Cependant pour les trois températures, il apparaît que les classes de fibres ont des vitesses de désorption différentes. En effet, les fibres B05 désorbent plus lentement, quelle que soit la température tandis que les B4 désorbent le plus rapidement. En effet, à 64 minutes d'étuvage à 100 °C la perte de masse est 30% plus élevée pour les fibres B4 que pour les fibres B05. Cette différence illustrée dans la figure 2.13, pourrait s'expliquer par la configuration des fibres lors des mesures. L'empilement des fibres de faible diamètre limite la surface d'échange avec l'air chaud, ralentissant ainsi le phénomène de désorption, comparé aux fibres de plus gros diamètre.

Les comportements en désorption des fibres de classe B1 et B2 aux températures, 60 °C, 100 °C et 120 °C sont montrés dans la figure 2.12. A 60 °C les fibres perdent 6 % de masse tandis qu'à 100 et 120 °C, elles perdent de façon identique 8% de masse. Dans les conditions atmosphériques, l'eau s'évapore à 100 °C. Ainsi, la perte de masse à 100 °C correspond à la vaporisation de la masse d'eau contenue dans ces fibres et probablement à la masse d'autres éléments. Une étude de chromatographie gazeuse permettrait de caractériser les différents éléments évaporés lors de l'étuvage des fibres. Néanmoins, il est certain qu'aucun élément, dont la température de vaporisation soit supérieure à 100 °C, n'est éliminé car la perte de masse

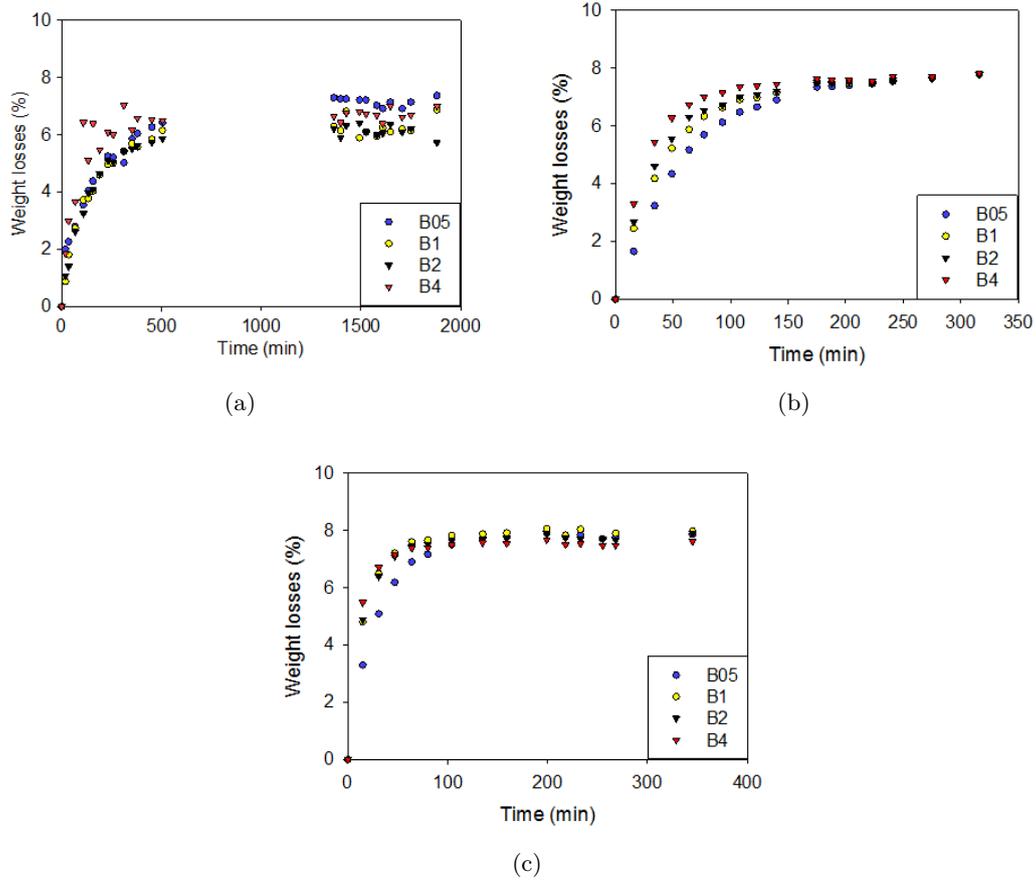


FIGURE 2.11 – Désorption des 4 classes de fibres à (a) 60 °C (b) 100 °C et (c) 120 °C.

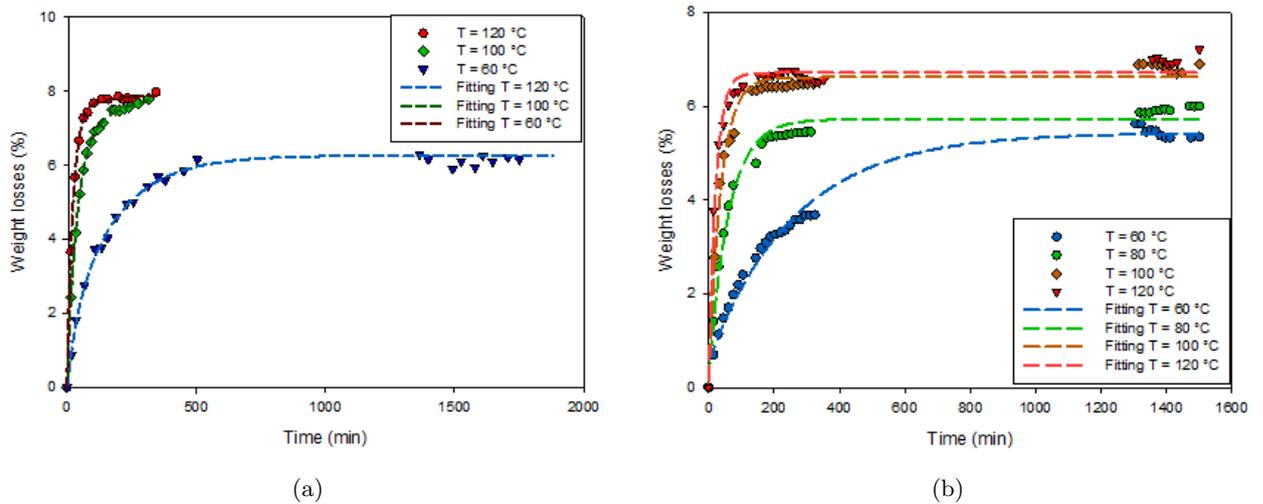


FIGURE 2.12 – Désorption aux températures 60 °C, 100 °C et 120 °C des fibres B1 (a) et B2 (b).

est identique à 100 et 120 °C. A 60 °C, la stabilisation de perte de masse observée au bout de 720 minutes résulte de l'établissement d'un équilibre entre les conditions hygrométriques dans

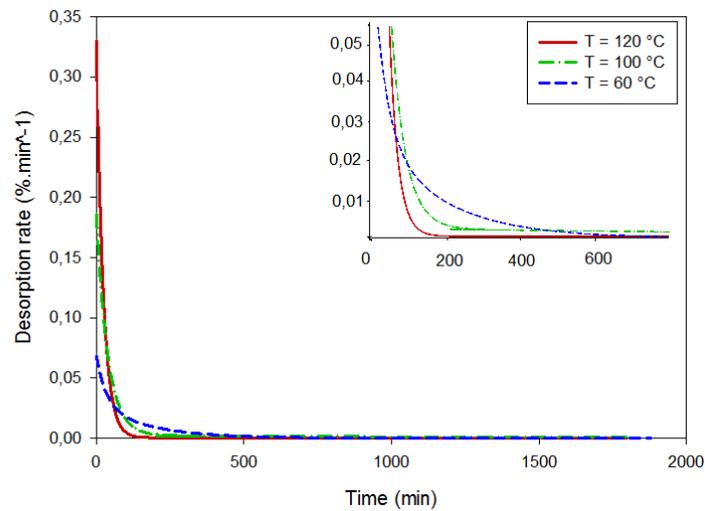


FIGURE 2.13 – Vitesse de désorption à 3 température B1.

la fibre et celles de l'étuve. Par conséquent, placées dans une étuve à 60 °C les fibres de canne à sucre ne sont pas complètement sèches bien que la perte de masse soit stabilisée.

En outre, il faut noter une dépendance entre la cinétique de désorption et la température. La figure 2.13 présente les vitesses de désorption de la classe de fibres B1 à différentes températures. La vitesse étant la dérivée d'une perte de masse en fonction du temps, une vitesse nulle traduit une perte de masse constante ou nulle. Ainsi, à 120 °C, la masse sèche est atteinte au bout de 200 minutes et à 100°C au bout de 250 minutes. A 60 °C l'équilibre hygrométrique est atteint à 720 min d'étuvage soit 12 h. La vitesse de désorption dépend donc de la température d'étuvage. Par conséquent, le temps pour atteindre l'équilibre entre les conditions hygrométriques de l'étuve et des fibres diminue quand la température augmente.

Il ressort que toutes les classes de fibres absorbent la même quantité d'eau et par conséquent, que l'absorption en eau est indépendante de la géométrie des fibres. De plus, la vitesse augmente avec le diamètre des fibres et diminue avec la température d'étuvage. L'obtention des fibres complètement sèches nécessite un étuvage d'au moins à 100 °C pendant 3h30 au minimum.

2.2.3.2 Absorption

L'absorption des fibres de canne à sucre a été caractérisée par une méthode gravimétrique. Les fibres sont séchées puis immergées ou placées dans un environnement régulé en température et en humidité. Suite aux précédents résultats, on choisit d'étuver les fibres à 100°C afin d'éviter de dégrader leurs propriétés. Ensuite des pesées régulières ont été effectuées jusqu'à obtention d'une masse stable. La teneur en eau des fibres est calculée à partir de l'équation (2.2.3.2) où

M_t correspond à la masse à un temps t et M_s à la masse sèche.

$$\text{Taux de reprise(\%)} = \frac{M_t - M_s}{M_s} \quad (2.5)$$

2.2.3.2.1 Immersion

Après étuvage décrit précédemment, les fibres introduites dans une cage grillagée métallique, sont immergées dans une eau distillée à 20 °C. Ensuite elles sont secouées à l'aide de la tamiseuse pendant une minute avec une amplitude de 1 mm. Les pesées sont réalisées, à l'aide d'une balance *Mettler PM100* précise au 100^{ème} de gramme, toutes les minutes puis toutes les 5 minutes jusqu'à obtention d'une masse stable.

Malgré un grand nombre d'essais, les résultats restent dispersés au sein d'une même classe de fibres avec un coefficient de variation moyen de 13%. Cette dispersion est due à la variabilité morphologique des fibres au sein d'une même classe. La figure 2.14 présente le pourcentage massique d'eau absorbée par immersion des fibres en fonction du temps. On observe un comportement asymptotique de l'absorption d'eau de chaque classe de fibre avec une saturation qui est atteinte au bout de 10 minutes. La rapidité de ce phénomène est notable pour chacune des classes de fibres étudiées. De plus, on constate que le taux d'absorption d'eau par immersion varie en fonction de ces dernières. En effet, il est de 220% pour les plus grossières (B4) et de 580% pour les fibres fines (B05). Celles-ci (B05) absorbent donc 2,6 fois plus d'eau que les fibres plus grossières (B4). Ainsi, l'absorption augmente quand le diamètre des fibres diminue. On peut également noter une évolution similaire pour les vitesses d'absorption d'eau. Cette nature hydrophile est à considérer pour les pièces bagasse/époxy placées dans un environnement hygrométrique.

2.2.3.2.2 Environnement contrôlé en température et en humidité

La maîtrise des conditions hygrométriques des essais a été effectuée à l'aide d'une enceinte climatique *Vötsch VT 7100* dans laquelle il est possible de réaliser des essais pour des températures comprises entre -70 et +180 °C, à une hygrométrie comprise entre 10 et 98%. Les essais ont été réalisés avec de l'eau déminéralisée. Les fibres étuvées pendant 24h à 100 °C sont étalées en fine couche dans des récipients en aluminium disposés dans la chambre de l'enceinte climatique. Une étude préliminaire a permis de fixer le temps de stabilisation de la prise de masse à 192 heures soit 8 jours. Les pesées sont réalisées régulièrement. Les valeurs de température et d'humidité comprises respectivement entre 20 et 90 °C et entre 20 et 100% ont été définies en vue de réaliser

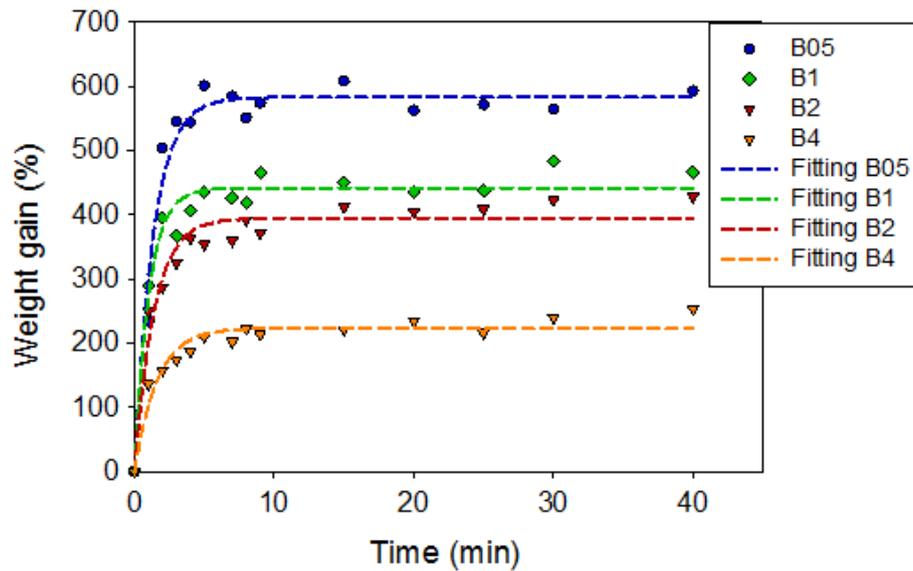


FIGURE 2.14 – Prise d’eau des classes de fibres B05, B1, B2 et B4 en immersion à 20°C.

un plan de Doehlert (tableau 2.6) au regard des conditions climatiques régnant dans les zones tropicales. Les polynômes de réponse du taux de reprise en eau (équation (2.1)) dans lesquels x_1 et x_2 correspondent respectivement aux valeurs de température (T) et d’humidité (HR) ont été interpolés à partir des valeurs du tableau 2.7. L’analyse des résultats révèle que l’amplitude de la reprise d’eau des fibres de bagasse peut être conséquente, suivant le conditionnement des fibres. En effet, on observe une hausse de plus de 20% de teneur en eau pour les fibres les plus fines (B05) pour une humidité comprise entre 25 et 95%. De plus, on peut également noter que les minima et maxima des teneurs en eau ne sont pas atteints dans les mêmes conditions pour les différentes classes de fibres. Ainsi l’absorption d’eau en milieu humide et à des températures contrôlées est fonction de la géométrie des fibres, tout comme l’absorption d’eau en immersion étudiée précédemment.

Les coefficients du polynôme de réponse obtenus par interpolation des résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau 2.8. b_1 et b_2 correspondent aux termes du premier ordre liés aux variations de température et d’humidité tandis que b_{11} et b_{22} , les termes du second ordre représentent le lissage de la courbe. Le terme b_{12} traduit l’effet du couplage des deux paramètres sur la réponse et le coefficient b_0 correspond à la valeur du centre du domaine d’étude. Ainsi les valeurs négatives du coefficient b_1 (figure 2.15) indiquent qu’une augmentation de la température entraîne une baisse du taux de reprise en eau. Cette observation est également notable pour les termes de couplage.

L’analyse des coefficients révèle une différence de 86% entre les valeurs minimales et maxi-

Test #	T (°C)		HR (%)	
	Valeur codée	Valeur physique	Valeur codée	Valeur physique
1	1	90	0	60
2	-1	20	0	60
3	0,5	73	0,866	95
4	-0,5	38	-0,866	25
5	0,5	73	-0,866	25
6	-0,5	38	0,866	95
7	0	55	0	60

TABLEAU 2.6 – Domaine expérimental des valeurs codées et physiques des facteurs étudiés : température et humidité relative.

T (°C)	HR (%)	B05 (%)	B1 (%)	B2(%)	B4 (%)	BE (%)
38	25	1,97 (2,11)	3,44 (0,2)	2,84 (0,85)	2,88 (1,3)	3,79 (0,06)
73	25	0,6 (0,66)	1,37 (0,34)	1,64 (0,37)	1,69 (0,12)	1,61 (0,02)
90	60	2,36 (1,19)	0,44 (0,32)	0,26 (0,03)	0,64 (0,21)	0,15 (0,03)
20	60	10,03 (0,26)	10,02 (0,88)	9,38 (0,51)	9,77 (0,15)	9,85 (0,19)
55	60	5,83 (2,29)	4,11 (0,67)	4,50 (0,30)	4,59 (1,03)	3,96 (0,13)
73	95	12,07 (3,50)	3,75 (1,71)	2,73 (0,46)	2,15 (0,55)	1,33 (0,16)
38	95	21,37 (1,92)	17,59 (2,36)	12,7 (1,53)	11,29 (1,31)	9,12 (0,44)

TABLEAU 2.7 – Taux de reprise et écart type entre parenthèses des fibres de bagasse en fonction de l'humidité et de la température.

males des coefficients relatifs à l'humidité (b_2) tandis qu'elle est de 41% pour les coefficients relatifs à température (b_1) entre les classes. De ce fait, l'influence de l'humidité est prépondérante sur la teneur en eau des fibres par rapport à la température. De plus, les fibres les plus fines sont les plus sensibles à l'humidité (figure 2.15). Les surfaces de réponse, présentées dans la figure 2.16 montrent que l'absorption en eau des fibres, quelle que soit la classe, est maximale pour une humidité élevée et une faible température.

Coefficients	Réponses				
	B05	B1	B2	B4	BE
b_0	5,83	4,10	4,50	4,59	3,96
b_1	-3,25	-5,56	-4,85	-4,94	-4,87
b_2	11,16	4,88	3,09	2,30	1,50
b_{11}	0,05	1,47	0,46	0,57	0,92
b_{22}	6,20	2,63	0,57	-0,01	-0,35
b_{12}	-1,15	-7,01	-4,93	-4,06	-3,33

TABLEAU 2.8 – Coefficients des polynômes de réponse du modèle.

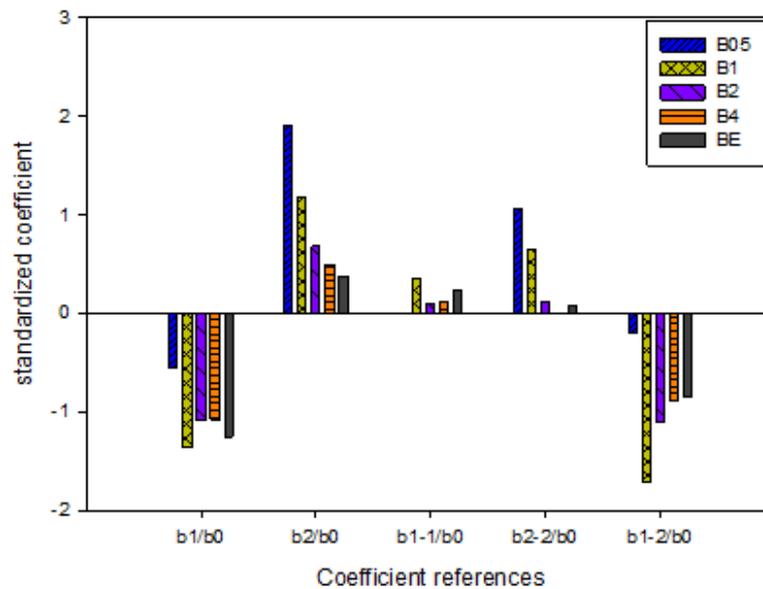


FIGURE 2.15 – Représentation graphique des coefficients normalisés par rapport la valeur au centre du domaine.

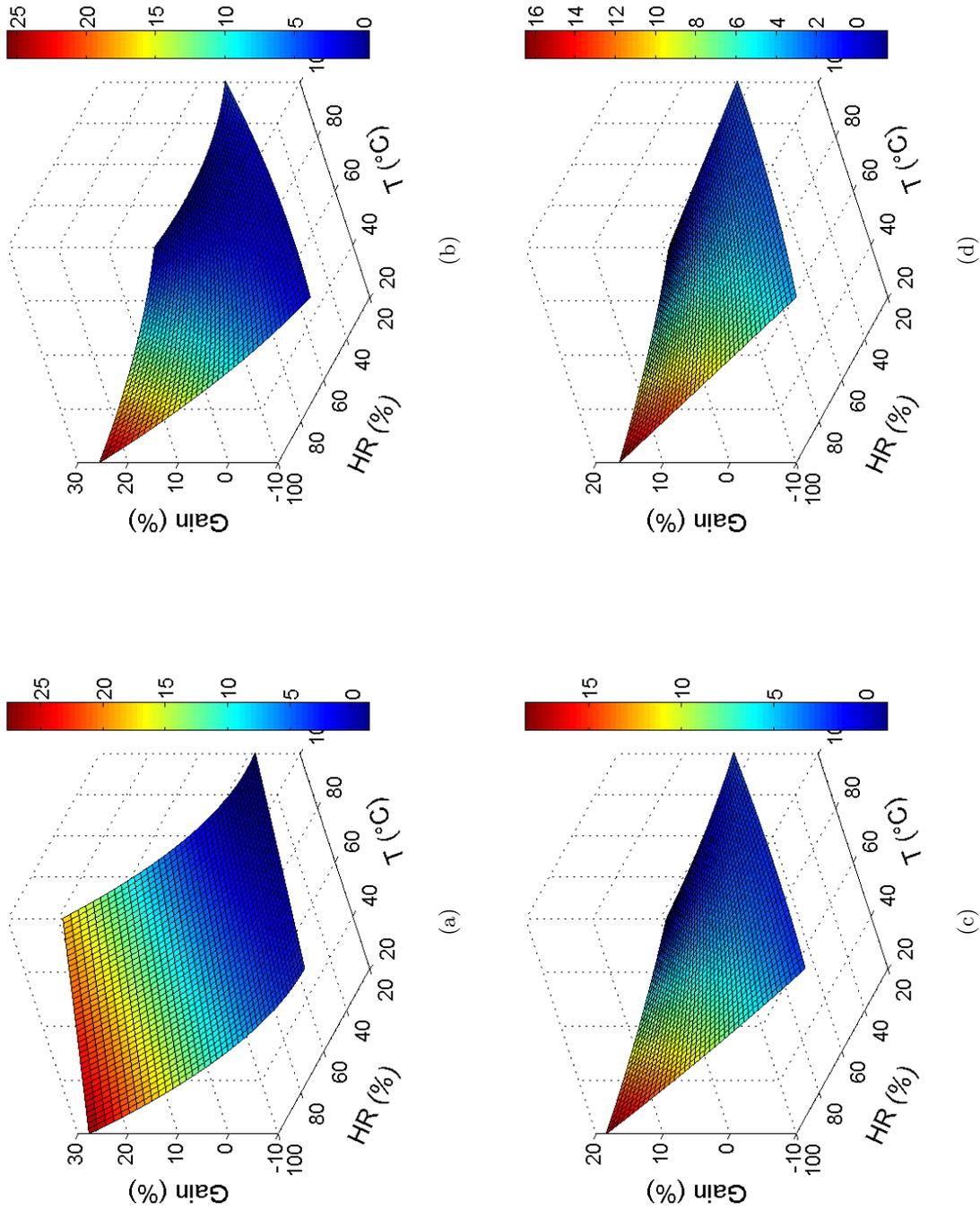


FIGURE 2.16 – Surfaces de réponse du gain de masse d'eau : (a) B05, (b) B1, (c) B2 et (d) B4.

En conclusion, cette étude a permis de montrer que l'absorption d'eau des fibres de bagasse dépend fortement du taux d'humidité présent dans leur environnement de stockage et de leur géométrie. De façon générale les fibres fines absorbent plus d'eau que les fibres plus grossières dans les mêmes conditions. Ces expériences soulignent également la difficulté de contrôler le taux de reprise en eau des fibres de bagasse. En effet, le seul paramètre correctement maîtrisé reste l'assèchement total des fibres. Or les travaux de Baley et al [86] montrent qu'une mise en œuvre des fibres sèches provoque une mauvaise adhésion fibre/résine occasionnant une baisse des propriétés mécaniques du composite. De ce fait, nous décidons de ne pas étuver les fibres et d'indiquer la température et l'humidité de stockage des fibres, juste avant la mise en œuvre du composite.

2.2.4 Caractérisation de la masse volumique

La masse volumique des fibres de canne à sucre a été déterminée par pycnométrie à gaz. Cette méthode est utile pour caractériser le volume des matériaux qui réagissent au contact de liquides (eau, toluène...), notamment les fibres végétales, et pour lesquelles la pycnométrie liquide ne convient pas. La masse volumique des fibres de bagasse a été caractérisée pour les classes définies au paragraphe 2.2.1.

Les fibres sont tout d'abord introduites dans une cuve de 1 cm³ puis pesées à l'aide d'une balance *Mettler Toledo XA105* de capacité maximale de 41 g, précise à 0,01 mg. Afin de déterminer le volume des fibres, la cuve est placée dans l'enceinte du pycnomètre à gaz *Micromeritics AccuPyc II 1340*. L'étude a été menée sur 50 cycles de remplissage/vider de la chambre de mesure par de l'hélium, pour chaque échantillon avec une pression de 34474 Pa et une vitesse de 689 Pa/min. Le volume donné est la moyenne des volumes mesurés au bout des 50 cycles.

Le tableau 2.9 montre que la plus faible masse volumique est mesurée pour les particules de diamètre inférieur à 0,5 mm, (1234,3 kg.m⁻³) tandis que la plus élevée est mesurée pour les fibres de diamètre supérieur à 4 mm (1374,3 kg.m⁻³). Sur la figure 2.17, on observe un écart de 140,45 kg.m⁻³ entre la plus grande et la plus faible masse volumique ce qui représente une amplitude de 10%. Cette variation pourrait s'expliquer par la nature différente des fibres. En effet, on peut expliquer ce constat par le fait que les fibres dont les diamètres sont supérieurs à 4 mm proviennent essentiellement de l'écorce de la canne à sucre tandis que les fibres plus fines proviendraient de moelle de la canne [87]. De plus, une masse volumique croissant avec le diamètre des fibres confirme une nature variable des fibres suivant les différentes classes.

A partir des proportions massiques des différentes classes de fibres (tableau 2.3) et des masses

Nomenclature	Masse volumique (kg.m ⁻³)
B0	1234,3 (± 3,2)
B05	1304,5 (± 3,6)
B1	1323,0 (± 4,2)
B2	1309,5 (± 6,6)
B4	1374,8 (± 8,0)
BE	1315,3 (± 9,2)
BV	1368,5 (± 12,6)

TABLEAU 2.9 – Masses volumiques et écart-types entre parenthèses des classes de fibres de bagasse mesurées par pycnométrie à hélium.

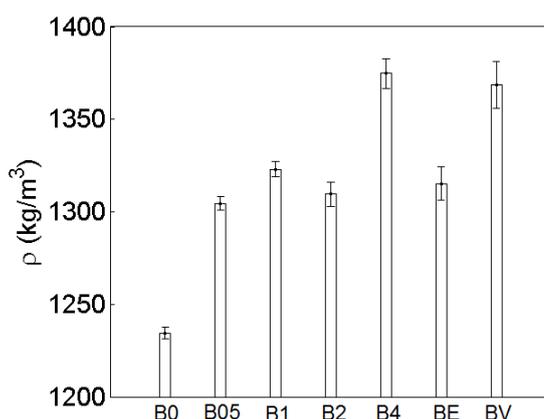


FIGURE 2.17 – Masses volumiques des fibres de bagasse à une température de 23 °C et une humidité relative de 36%.

volumiques correspondantes (tableau 2.9), les masses volumiques de la bagasse totale (BV) et la bagasse (BE) qui exclue les fibres qui ont traversé le tamis de taille la plus faible 0,5 mm, ont été calculées. Les résultats sont présentés dans la figure 2.18.

Les masses volumiques des fibres (BE) mesurées et calculées sont sensiblement les mêmes avec une différence de 0,8%. Cependant, on observe une différence de 6% entre la densité mesurée et calculée de la bagasse en vrac (BV). La surestimation de la masse volumique mesurée s'explique par la mise en œuvre de l'essai. En effet, l'opérateur sélectionne inconsciemment les fibres les plus faciles à saisir au détriment des particules dont le diamètre est inférieur à 0,5 mm. Ces particules ayant la masse volumique la plus faible et étant sous représentées, la masse volumique globale est surestimée.

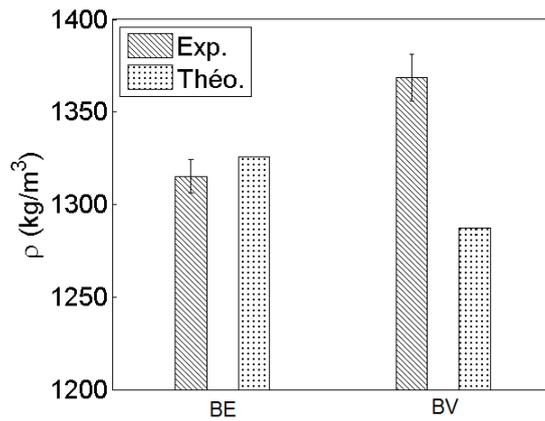
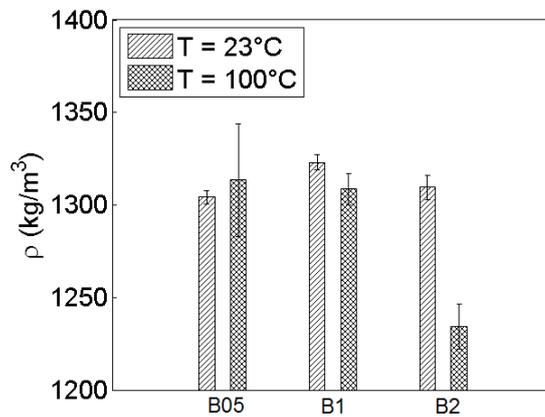


FIGURE 2.18 – Masses volumiques des fibres de bagasse mesurées et calculées.

En outre, l'influence du séchage des fibres a été évaluée sur la masse volumique des fibres de bagasse. Les fibres ont été étuvées à $100\text{ }^\circ\text{C}$ au moins pendant 3h30. Il ressort des résultats présentés dans la figure 2.19 qu'une perte de masse de 7% en moyenne entraine une différence de 1 à 6% ce qui reste dans l'ordre du bruit des mesures. La perte en masse des fibres de canne à sucre étuvées à $100\text{ }^\circ\text{C}$ n'a pas d'influence significative sur la masse volumique. Par conséquent, l'humidité absolue contenue dans la fibre, stockée dans un environnement à 38% d'humidité relative n'a pas d'influence sur la masse volumique.

FIGURE 2.19 – Masses volumiques des fibres de bagasse séchées à $100\text{ }^\circ\text{C}$.

2.3 Fabrication

Les composites ont été fabriqués par thermo-compression à masse volumique et à épaisseur constantes, suivant le mode opératoire des fabricants de panneaux composites agglomérés [88]. Dans la littérature, les panneaux agglomérés de bois utilisés comme absorbants phoniques, ont généralement une masse volumique comprise entre 100 et 400 $kg.m^{-3}$ [89, 90, 91]. Compte tenu de l'objectif visant à développer des matériaux possédant de bonnes propriétés d'absorption sonore, la majorité des plaques de l'étude ont été fabriquées à une masse volumique cible de 370 $kg.m^{-3}$ et une épaisseur de 28 mm. Dans les but de faire varier le facteur de forme, quelques plaques ont été fabriquées à 10 mm d'épaisseur.

2.3.1 Résine

La matrice utilisée est le système époxy SR 8500 / SZ 8525 fournie par *Sicom*. Elle est composée à 75% d'époxy et 25% en masse de durcisseur. Sa viscosité est de 1800 mPa.s à 20 °C et sa masse volumique est de 1113 $kg.m^{-3}$. Cette résine réticule à 80 °C pendant une heure, ce qui garantit un gain de temps considérable comparé aux résines époxydes classiques dont le temps de réticulation est de quelques heures.

2.3.2 Protocole de fabrication

Avec deux facteurs, sept types de matériaux donnés par le plan d'expérience de Doehlert permettant de couvrir le domaine d'étude sphérique [85] ont été fabriqués. Les variables x_1 et x_2 relatives à l'équation (2.1) correspondent respectivement au taux massique (M_f) et au diamètre de fibres, dont les valeurs centrales et extrêmes sont données dans le tableau 2.10. Les limites du taux massique de fibres, déterminées lors d'essais préliminaires, conduisent respectivement à des composites non poreux, en raison d'une imprégnation importante du renfort (40%) et d'autre part à des matériaux friables offrant une faible cohésion entre fibres dû à la faible quantité de résine pour $M_f = 70\%$. Ainsi, les valeurs complémentaires de M_f du plan d'expérience (47; 55 et 62%) sont issues de la matrice expérimentale de Doehlert. Les limites physiques des centres des classes des diamètres de fibres sont 0,5 et 4 mm, issus du tamisage de la bagasse. Le tableau 2.11 détaille la nomenclature de chaque matériau nommé par B (faisant référence à la bagasse) suivi de la classe de fibres (05; 1 et 2) et de M_f (40; 47; 55; 62; 70). Les valeurs réduites des variables et leur équivalence physique y sont également mentionnées.

La résine est mélangée aux fibres sans traitement préalable, dans un pétrin à 130

Facteurs	Variables	Niveaux		
		-1	0	1
Taux massique de fibres (%)	x_1	40	55	70
Centres des classes de fibres (mm)	x_2	0,5	2	4

TABLEAU 2.10 – Domaine expérimental des facteurs de l'étude. Valeurs physiques et codées.

Matériaux #	Nomenclature	Taux massique de fibres (%)		Classes de fibres (mm)	
		Codées	Physiques	Codées	Physiques
1	B05_47	-0,5	47	-0,866	0,5 - 1
2	B05_62	0,5	62	-0,866	0,5 - 1
3	B1_40	-1	40	0	1 - 2
4	B1_55	0	55	0	1 - 2
5	B1_70	1	70	0	1 - 2
6	B2_47	-0,5	47	0,866	2 - 4
7	B2_62	0,5	62	0,866	2 - 4

TABLEAU 2.11 – Domaine expérimental des valeurs codées et physiques du taux massique de résine, du diamètre et de la classe de fibres associée.

tours/minutes pendant 90 secondes de façon à produire des matériaux les plus homogènes possibles, sans dégradation des fibres. Le mélange est ensuite versé à trois reprises dans un moule métallique rigide spécialement développé pour l'étude (figure 2.20), la contenance du mélangeur étant insuffisante pour le remplir d'un coup. Le moule a été conçu afin d'assurer une répartition homogène de la température, de la résine et de la pression d'une part et d'autre part, de maximiser les dimensions des plaques tout en étant simple d'utilisation. Il est composé de deux parties : un châssis supérieur en aluminium sur lequel sont fixés des butées mécaniques et d'une partie inférieure en acier composée de quatre plats soudés sur une plaque de fond et de trois poignées. Chaque bord présente des ouvertures afin de faciliter l'écoulement d'un surplus éventuel de résine qui sera stocké dans la rainure présente tout autour de la plaque de fond. Les dimensions intérieures sont 320 mm de long, 270 mm de large et 40 mm de hauteur. Pour un démoulage facile, les surfaces sont couvertes d'un revêtement anti-adhérent (*Fluoref 80*®) résistant jusqu'à 260 °C et possédant une bonne résistance à l'usure et à l'abrasion. L'ensemble, mélange

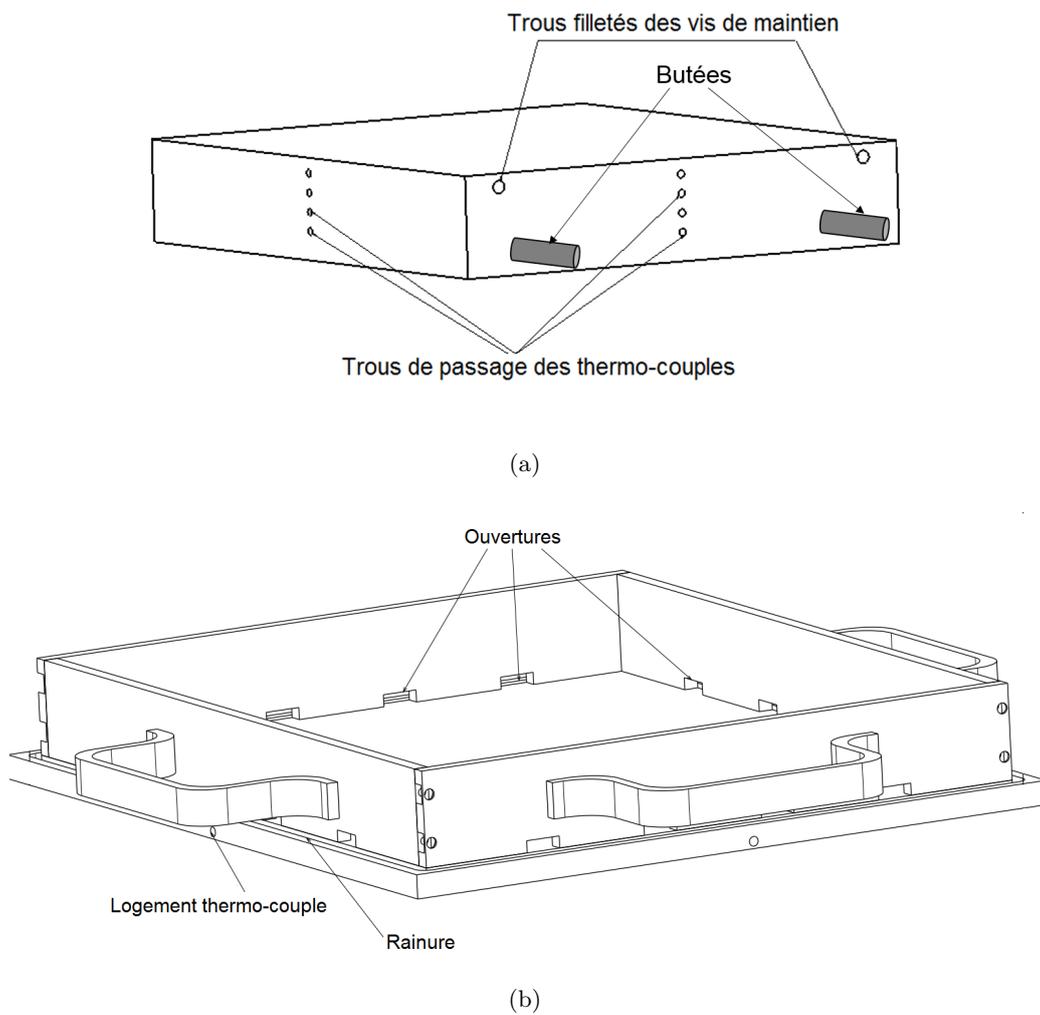


FIGURE 2.20 – Dessin d'assemblage du moule de compression bagasse châssis supérieur (a) et inférieur (b).

et moule, est comprimé entre les deux plateaux chauffants d'une presse de thermo-compression *ENERPAC* pouvant comprimer jusqu'à 23 tonnes. Le cycle de polymérisation débute par une montée à 2°C/min jusqu'à la température de 80°C qui est maintenue constante pendant une heure, s'en suit un refroidissement à température ambiante. La force assure le contact entre les butées mécaniques des parties supérieure et inférieure du moule, fixant l'épaisseur des plaques composites (figure 2.21). Six séries de matériaux ont été fabriqués pour les caractérisations en flexion, compression, acoustique et la réalisation de structures sandwiches. Du fait de l'anisotropie de ce type de matériaux, mise en évidence dans l'état de l'art, pour certains essais on distinguera la face A du matériau, au contact avec le châssis supérieur, de la face B contre le fond du moule (figure 2.22).

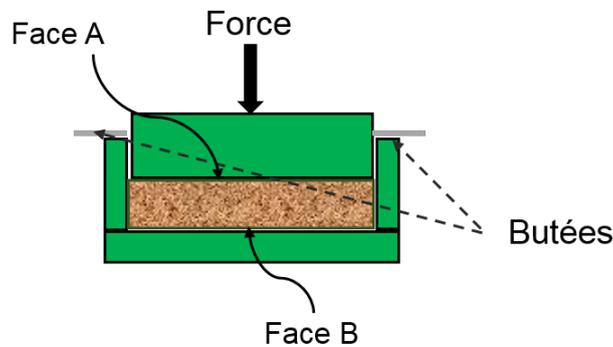


FIGURE 2.21 – Schéma du moule avec les butées assurant une épaisseur de fabrication de 28 mm

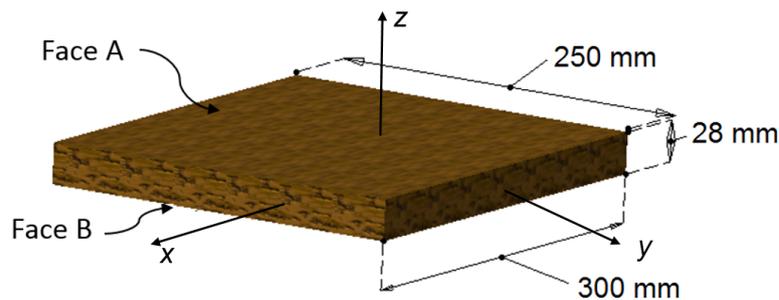


FIGURE 2.22 – Plaque composite bagasse/epoxy fabriquée par thermo-compression. Schéma indiquant les dimensions, la face A correspond au plan au contact avec le châssis supérieur du moule et la face B correspond à celle contre le fond du moule.

Les structures parallèles (plan xy) et perpendiculaires (plan xz) à la direction de fabrication des sept matériaux sont présentées respectivement dans la figure 2.23 et dans la figure 2.24. Dans le plan xy , du fait du procédé de fabrication, les fibres sont orientées aléatoirement dans le

plan de fabrication. Dans le plan xz , on retrouve une structure organisée sous forme de feuillets de fibres. Ces remarques impliquent une isotropie dans le plan de fabrication et une anisotropie perpendiculairement à la direction de fabrication des matériaux. De plus, on note la présence de cavités d'air connectées et débouchant sur la surface du matériau. Plus les fibres sont fines (B05) et les taux de fibres élevés, plus les pores sont petits. La taille et la distribution des pores jouent un rôle important sur les propriétés acoustiques et thermiques du matériau. Une caractérisation succincte de la taille des pores a été réalisée par analyse d'images. En effet, les dimensions des pores ont été estimées à partir du plus grand diamètre de cercle que contiennent les pores en deux dimensions.

En outre, les taux volumiques de fibres (V_f) et de porosité (V_p) ont été évalués à partir des relations (2.6) et (2.7), dans lesquelles ρ_c , et ρ_f représentent les masses volumiques respectives du composite et des fibres. M_f correspond à la valeur du mélange initial. La porosité moyenne se situe autour de 71 % comme indiqué dans le tableau 2.12.

$$V_f = \frac{\rho_c}{\rho_f} M_f \quad (2.6)$$

$$V_p = 1 - \rho_c \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{(1 - M_f)}{\rho_r} \right) \quad (2.7)$$

Type	V_f (%)	V_p (%)	ρ_c (kg/m^3)
B05_47	13 (2%)	70,7 (0,7%)	351 (2%)
B05_62	16 (4%)	71,7 (1,6%)	346 (4%)
B1_40	11 (1%)	70,2 (0,6%)	354 (1%)
B1_55	15 (1%)	70,7 (0,5%)	358 (1%)
B1_70	19 (1%)	71,2 (0,4%)	360 (1%)
B2_47	13 (1%)	70,2 (0,4%)	357 (1%)
B2_62	17 (2%)	71,2 (0,7%)	353 (2%)
moyenne	-	70,8 (0,6)	354,05 (4,7)

TABLEAU 2.12 – Taux volumiques de fibres et porosité et masses volumiques calculés sur cinq séries de matériaux. COV entre parenthèses.



FIGURE 2.23 – Vues suivant le plan (xy) de la structure des composites B05_47 (a), B05_62 (b), B1_40 (c), B1_45 (d), B1_70 (e), B2_47 (f) et B2_62 (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres

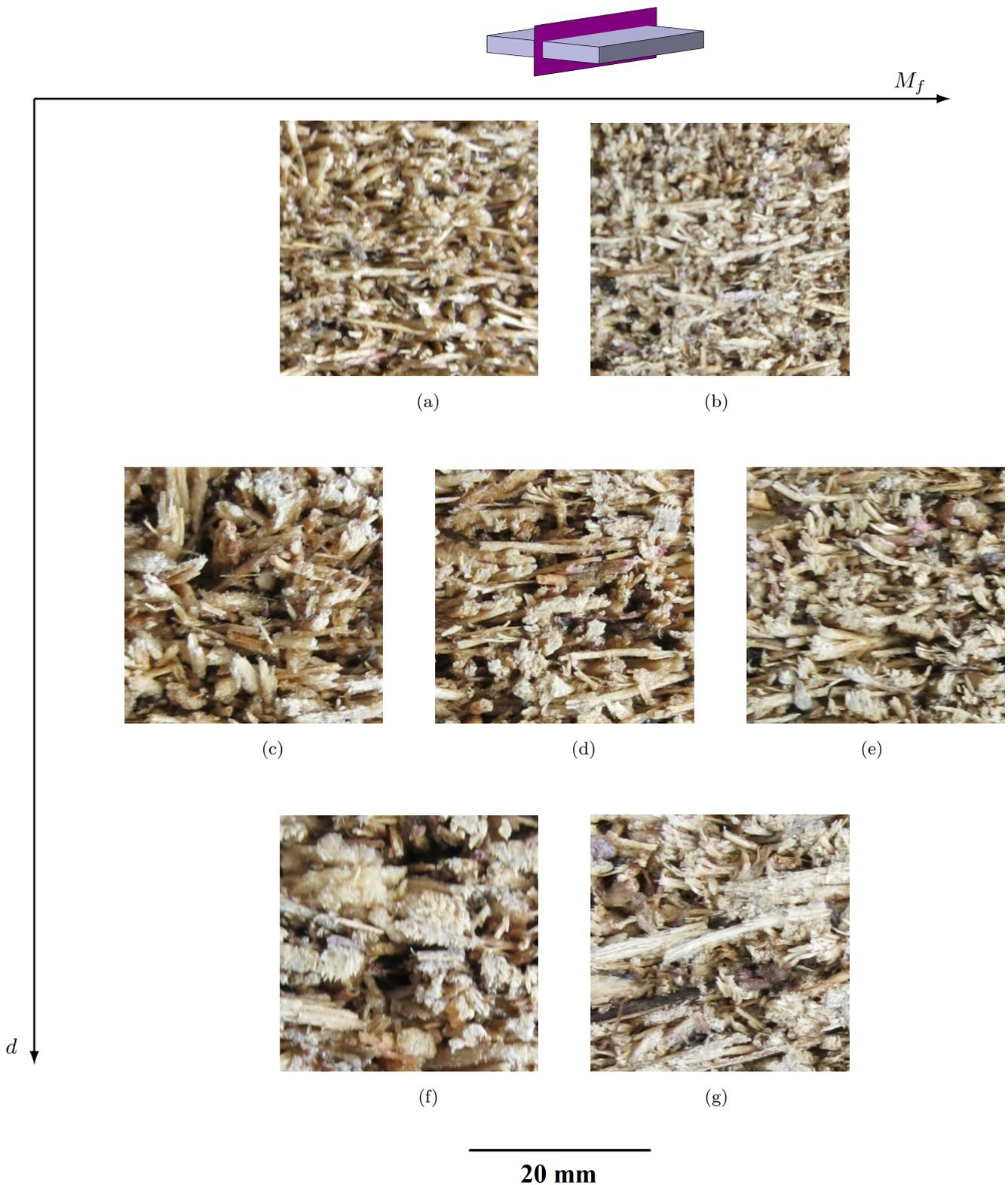


FIGURE 2.24 – Vues suivant le plan (xz) de la structure des composites B05_47 (a), B05_62 (b), B1_40 (c), B1_45 (d), B1_70 (e), B2_47 (f) et B2_62 (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres

2.3.3 Contrôle qualité

Afin de vérifier la répétabilité du procédé de fabrication, les masses volumiques de 5 séries de composites ont été calculées sur des plaques détournées de 280 mm de long et de 230 mm de large. Les valeurs moyennes et les coefficients de variation sont présentés dans le tableau 2.12. Cette analyse montre que la moyenne de masses volumiques (354 kg/m^3) est inférieure de 4% à la valeur cible théorique (370 kg/m^3). Cette différence permet d'évaluer les pertes du mélange au cours de la fabrication à 4%. De plus, les faibles variabilités d'une série à l'autre, environ 2%, indiquent que le procédé de fabrication est bien maîtrisé et est par conséquent répétable. Par ailleurs, des calculs de masses volumiques sur des échantillons cubiques de côté 28 mm prélevés d'une même plaque composite ont été effectués. Les mesures révèlent que les variabilités intra et inter plaque sont du même ordre de grandeur (environ 7%). Toutefois, en accord avec les constats relatés dans la littérature, on suppose que les propriétés des matériaux sont différentes selon la face de sollicitation (figure 2.22).

Malgré toutes les précautions prises pour concevoir un matériau homogène, on constate quelques défauts d'homogénéité. La figure 2.25 présente les tranches surfaciques (plan xy) d'un échantillon du matériau B05_47 de 3 mm d'épaisseur. D'une face à l'autre on observe une croissance et l'apparition de nouveaux défauts. En effet, la présence de caillots de résine distribués aléatoirement dans l'épaisseur ne sont pas forcément visibles sur les faces externes (A et B) du matériau. De plus, ces défauts apparaissent surtout pour les composites dont le taux massique de fibres est faible (matériaux B05_47, B2_47 et B1_40). Ainsi, l'occurrence de ces défauts est plus sensible à la proportion de fibres et par conséquent de résine, qu'à la géométrie des fibres. Deux phénomènes peuvent expliquer leur présence. Le premier suppose une mauvaise répartition des fibres dans le moule. Les endroits où il y a plus de fibres subissent localement une compression plus importante qui génère des défauts. Malgré tous les soins apportés au cours de l'opération cette hypothèse est envisageable. La seconde hypothèse est liée à la très grande rapidité de réticulation de la résine. En effet, durant la préparation du mélange d'environ 20 minutes pour chaque plaque, les premières couches de mélange pourraient commencer à réticuler et favoriser l'apparition de zones hétérogènes. Afin de limiter la variabilité des propriétés lors des caractérisations mécanique ou acoustique due à ces défauts, il conviendrait de définir une technique permettant de les situer et de les éviter lors de la découpe des éprouvettes. Aussi une cartographie thermique pourrait être une solution, bien qu'idéalement il faudrait résoudre le problème en amont lors de la fabrication.

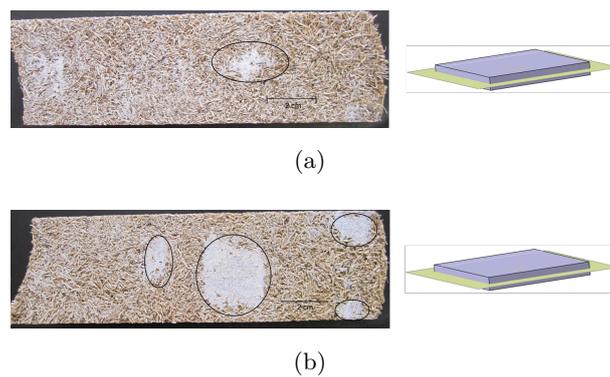


FIGURE 2.25 – Mise en évidence des défauts d’hétérogénéité (zones riches en résine) sur la face d’un échantillon *B05_47* d’épaisseur 3 mm (a) Recto : Défaut visible de faible surface (b) Verso : Accroissement de la surface du défaut de la face A et apparition de nouveaux défauts.

2.4 Conclusion

La bagasse est constituée de fibres individuelles et agrégées sous forme de faisceaux. Du fait de cette hétérogénéité elle a été tamisée en 4 classes de fibres. Les longueurs, diamètres, facteurs de forme et aires des fibres ont été évalués par analyse d’images. Les histogrammes de leurs distributions peuvent être adaptés de façon satisfaisante par des lois log-normales. Le recensement a révélé que les fibres de bagasse ont en moyenne, une longueur de 6,34 mm et un diamètre de 1,04 mm avec une importante variabilité. De plus, la caractérisation hygroscopique, par méthode gravimétrique, a révélé que la reprise d’humidité massique de la bagasse est comprise entre 0,2% et 23% respectivement à 90°C et 60% d’humidité relative et à 38°C à 95%. La masse volumique moyenne de la bagasse mesurée par pycnométrie à hélium est de 1315 kg/m^3 (tableau 2.13).

Désignation	BE	B05	B1	B2	B4
Proportion massique (%)	100	28,3 (3,11)	31,7 (2,21)	18,7 (1,51)	21,3 (3,45)
Nombre de particules	5658	2734	1521	1158	245
L (mm)	6,34 (6,34)	5,06 (3,85)	6,60 (5,49)	7,7 (8,19)	13,08 (13,58)
d (mm)	1,04 (1,18)	0,60 (0,34)	1,01 (0,64)	1,67 (1,42)	3,33 (3,01)
L /d	7,43 (6,07)	9,09 (6,68)	6,77 (5,09)	4,93 (4,56)	5,40 (5,02)
A (mm ²)	8,77 (24,41)	2,67 (3,87)	6,76 (9,94)	16,31 (26,83)	53,58 (79,29)
Absorption en immersion (%)	-	580	440	400	220
ρ (kg/m^3)	1315,3 (9,2)	1304,5 (3,6)	1323,0 (4,2)	1309,5 (6,6)	1374,8 (8,0)

TABLEAU 2.13 – Propriétés moyennes et écart-types entre parenthèses de la bagasse par classe de fibres

La fabrication des composites bagasse/époxy a été réalisée à l'aide du plan d'expériences de Doehlert. Sept matériaux ont été obtenus à partir de trois classes de fibres (*B05*, *B1* et *B2*) et de cinq taux massiques de fibres (40 ; 45 ; 47 ; 62 et 70%). Ils ont été fabriqués à une épaisseur constante de 28 mm et une masse volumique moyenne de 354 kg/m^3 et une porosité moyenne de 71%. La faible variabilité de la masse volumique indique que le procédé de fabrication est répétable. Dans le chapitre suivant, nous traiterons de la caractérisation acoustique et mécanique de ces matériaux.

Chapitre 3

Caractérisation des matériaux poreux

Dans ce chapitre, la caractérisation des composites poreux acoustique et mécanique est présentée. Dans un premier temps, des mesures d'absorption acoustique sont réalisées à l'aide d'un tube à impédance. Ensuite, les propriétés mécaniques sont déterminées par des essais de compression et de flexion quasi-statique. Les phénomènes d'endommagement sont mis en évidence par l'analyse des champs de déformation obtenus par corrélation d'images.

3.1 Caractérisation acoustique

Il est généralement admis que la porosité des matériaux leur confère de bonnes propriétés acoustiques et thermiques. Dans cette partie, l'absorption acoustique est caractérisée au moyen d'un tube à impédance.

3.1.1 Dispositif expérimental

Le passage d'une onde sonore dans un tube à impédance peut être décrit par la propagation d'ondes planes dans un conduit. Cette hypothèse est vraie à condition que la longueur d'onde de la fréquence la plus élevée soit plus grande que le diamètre du tube [92]. La norme *ISO 10534-2* [93] fixe les modalités d'utilisation du tube avec cette hypothèse. Le dispositif équipé de deux microphones, permet de mesurer des pressions complexes d'ondes incidentes et réfléchies qui peuvent être respectivement décrites par les expressions (3.1) et (3.2). \hat{p}_I et \hat{p}_R sont les valeurs réelles des pressions des ondes incidentes et réfléchies, φ_I et φ_R sont les déphasages des ondes incidentes et réfléchies, k_0 est le nombre d'onde de l'air et x représente une position dans le tube

par rapport à la surface avant de l'échantillon comme illustré dans la figure 3.1 [92].

$$p_I = \hat{p}_I e^{(-jk_0x + \varphi_I)} e^{j\omega t} \quad (3.1)$$

$$p_R = \hat{p}_R e^{(jk_0x + \varphi_R)} e^{j\omega t} \quad (3.2)$$

Aux positions des microphones, x_1 et x_2 par rapport au point de référence étant la surface de

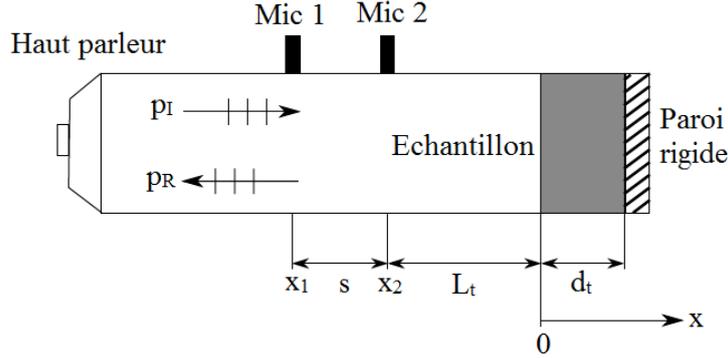


FIGURE 3.1 – Schéma d'un tube à impédance à deux microphones décrivant les ondes incidente et réfléchie et les positions des microphones [92].

l'échantillon (figure 3.1), les pressions complexes p_1 et p_2 sont calculées à partir des relations (3.3) et (3.4) dans lesquelles k est le nombre d'onde du matériau.

$$p_1 = p_I(x_1) + p_R(x_1) = \hat{p}_I e^{jk_0x_1} + \hat{p}_R e^{jk_0x_1} \quad (3.3)$$

$$p_2 = p_I(x_2) + p_R(x_2) = \hat{p}_I e^{jk_0x_2} + \hat{p}_R e^{jk_0x_2} \quad (3.4)$$

Ainsi, il est possible de définir les fonctions de transfert entre les microphones des ondes incidentes et réfléchies, respectivement H_I et H_R par les relations (3.5) et (3.6), dans lesquelles s est la distance entre les deux microphones.

$$H_I = \frac{p_I(x_2)}{p_I(x_1)} = \frac{\hat{p}_I e^{-jk_0x_2}}{\hat{p}_I e^{-jk_0x_1}} = e^{jk_0s} \quad (3.5)$$

$$H_R = \frac{p_R(x_2)}{p_R(x_1)} = \frac{\hat{p}_R e^{jk_0x_2}}{\hat{p}_R e^{jk_0x_1}} = e^{-jk_0s} \quad (3.6)$$

En utilisant les équations (3.5) et (3.6), on peut exprimer la fonction de transfert H_{12} (3.7) qui dépend du coefficient de réflexion (R) du matériau défini par la relation (3.8).

$$H_{12} = \frac{p_2}{p_1} = \frac{\hat{p}_I e^{jk_0x_2} + \hat{p}_R e^{jk_0x_2}}{\hat{p}_I e^{jk_0x_1} + \hat{p}_R e^{jk_0x_1}} = \frac{e^{-jk_0x_2} + R e^{jk_0x_2}}{e^{-jk_0x_1} + R e^{jk_0x_1}} \quad (3.7)$$

$$R = \frac{H_{12} - H_I}{H_R - H_{12}} e^{jk_0 2x_1} \quad (3.8)$$

Le coefficient d'absorption acoustique α est généralement défini comme le rapport des énergies de l'onde se propageant à l'intérieur et à l'extérieur du matériau. Une partie de l'énergie est absorbée par l'échantillon par dissipation thermique causée par le frottement entre les molécules d'air de la structure poreuse. Le tube à impédance étant considéré comme un système acoustiquement fermé, la partie de l'onde qui n'est pas réfléchiée est considérée absorbée, comme l'indique l'expression (3.9) de α . Lorsque α vaut 1, toute l'énergie de l'onde incidente est dissipée. Le matériau est alors parfaitement absorbant tandis qu'une absorption nulle signifie que le matériau est parfaitement réfléchissant.

$$\alpha = 1 - |R|^2 \quad (3.9)$$

Les mesures d'absorption acoustique sont effectuées avec un tube d'impédance *Brüel & Kjaer* de 100 mm de diamètre, représenté dans la figure 3.2. Dans la configuration de l'hypothèse des

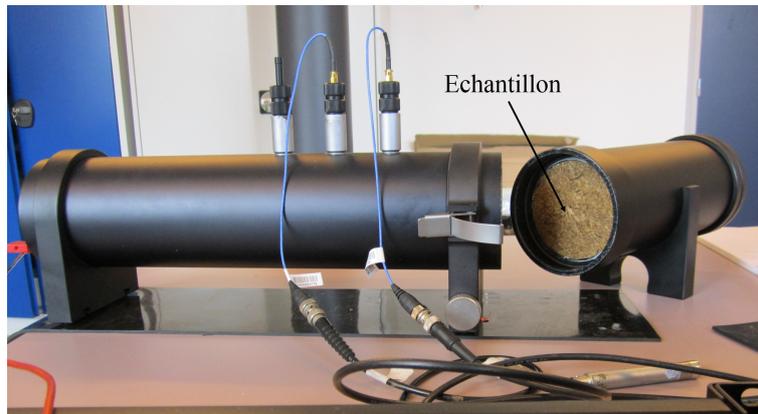


FIGURE 3.2 – Dispositif expérimental dans lequel est placé un échantillon

ondes planes, la fréquence de coupure du tube est de 2 kHz. La source est un haut-parleur avec un bruit blanc large bande dont les fréquences sont comprises entre 50 et 1600 Hz. Cinquante moyennes sont réalisées pour chaque mesure conformément à la norme *ISO 10534-2* [93]. Les mesures sont réalisées à 22 °C et à une pression atmosphérique de 9990 Pa. S'agissant des échantillons, ils sont découpés à l'aide d'une scie cloche de diamètre de 98 mm, sans lubrification, comme illustré dans la figure 3.3. Ils sont entourés d'un adhésif sur leur circonférence pour atteindre 100 mm de diamètre qui correspond à celui du tube ; afin d'éviter les fuites acoustiques.

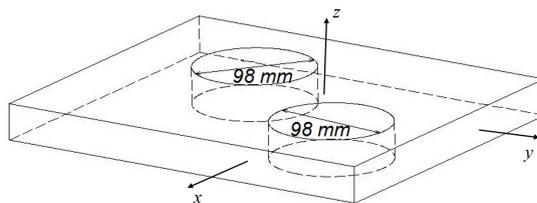


FIGURE 3.3 – Découpe des éprouvettes cylindriques de diamètre 98 mm et d'épaisseur 28 mm pour la caractérisation acoustique au tube à impédance. Axes de repérage du composite moulé.

3.1.2 Caractérisation de l'in-homogénéité des matériaux poreux par mesure de l'absorption sonore

Dans la littérature, le procédé de fabrication des bétons de chanvre par compression induit une in-homogénéité du matériau dans l'épaisseur [94]. Sous l'effet de la pression et de la gravité, le liant migre vers le fond du moule. Par conséquent, ce phénomène induit un gradient de porosité dans l'épaisseur du matériau, les pores de la face inférieure étant bouchés par le liant, et des différences de propriétés entre les deux faces.

Afin de vérifier si la thermo-compression conduit à cette différence morphologique, les faces des échantillons *B1_40* et *B1_70*, dont les taux de liant correspondent aux bornes du domaine d'étude (60 et 30%), sont testés en acoustique. La face A correspond à la face supérieure au contact avec la partie haute du moule tandis que la face B est au contact avec le fond du moule (figure 2.22). Les essais sont réalisés sur deux éprouvettes prélevées aléatoirement des plaques composites. La figure 3.4 présente l'évolution de l'absorption acoustique, en fonction de la fréquence, des matériaux *B1_40* et *B1_70* dans deux positions différentes : la face A ou B "voyant" en premier l'onde sonore. On constate que, pour les deux matériaux, les courbes d'absorption de la face A sont plus élevées que celles de la face B entre 450 et 1500 Hz. Cette différence est significative puisqu'elle est validée par un deuxième essai (courbes rouges). Par ailleurs, la différence d'absorption entre les deux faces augmente avec le taux de résine. En effet, à 1300 Hz, on constate une différence de 12% pour l'échantillon *B1_40* (60% de résine) contre 7,6% à la même fréquence pour l'échantillon *B1_70* (30% de résine). Ainsi, en plus de l'isotropie transverse mise en évidence dans la section 2.3.2, la fabrication de composites poreux par thermo-compression induit une différence de propriétés entre les faces au contact avec les surfaces supérieure ou inférieure du moule. Ce phénomène est à considérer lors de la réalisation des différents essais afin positionner toujours les éprouvettes dans le même sens. De plus, cette

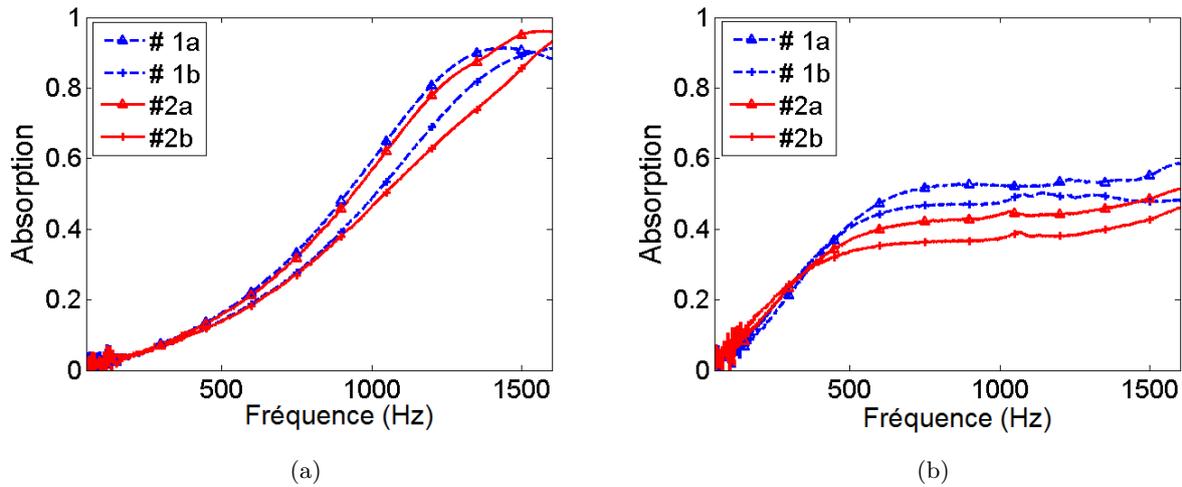


FIGURE 3.4 – Variabilité et influence de l'orientation des faces (A et B) sur l'absorption acoustique des matériaux B1_40 (a) et B1_70 (b).

différence de propriétés acoustiques pourra orienter le choix de la face du matériau exposée au son.

3.1.3 Répétabilité de l'absorption acoustique sur une plaque

La figure 3.4 permet également d'évaluer la répétabilité des mesures acoustiques des matériaux B1_40 et B1_70. Par exemple, la comparaison des courbes #1a et #2a dans la figure 3.4a, du matériau B1_40 révèle que les deux échantillons ont un comportement similaire sur la plage de fréquence considérée. La légère différence d'absorption observée à partir de 1300 Hz entre les deux courbes, de l'ordre de 3%, est peu significative et relève plus du positionnement de l'échantillon dans le tube de mesure que d'une différence de propriétés structurelles propre au matériau. Ainsi, d'un point de vue de l'absorption acoustique, on peut considérer que la plaque composite est homogène. Toutefois, seule une partie du pic d'absorption du premier mode de résonance est visible sur cette plage de fréquences. Or, la caractérisation de l'absorption acoustique des matériaux nécessite l'identification complète du premier mode résonance. Deux moyens peuvent être mis en œuvre afin d'y parvenir.

Le premier moyen consiste à utiliser plusieurs tubes à impédance de différents diamètres dans le but de caractériser l'absorption sur plusieurs plages de fréquences. En effet, un tube d'un diamètre 100 mm, permet d'identifier le comportement en basses fréquences (de 50 à 1600 Hz), un tube de diamètre intermédiaire, 63,5 mm, permet la caractérisation en moyennes fréquences,

jusqu'à 3200 Hz et un tube de petit diamètre 29 mm en hautes fréquences jusqu'à 6400 Hz [95]. La juxtaposition des courbes obtenues à partir des trois dispositifs permet de reconstruire l'absorption acoustique complète sur une large plage de fréquences comme illustré dans la figure 3.5.

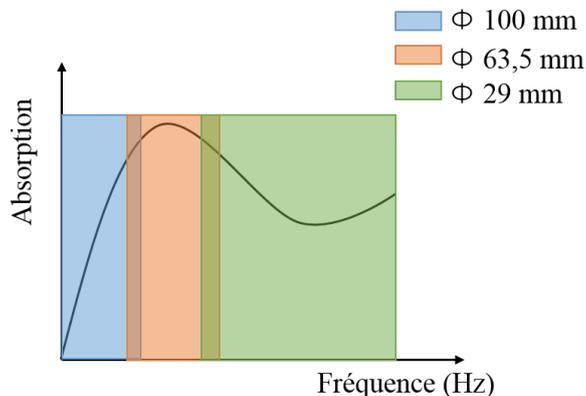


FIGURE 3.5 – Plages d'absorption en fonction du diamètre du tube à impédance [95].

Le second moyen consiste à augmenter l'épaisseur de l'échantillon afin de décaler le pic de résonance vers les basses fréquences. L'équation 3.10 montre qu'à célérité équivalente constante ($\tilde{c}_{\text{éq}}$), une augmentation de l'épaisseur (h) diminue la fréquence. Dans cette étude, le choix s'est porté sur l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon. Du fait des contraintes liées au matériel de fabrication, il n'a pas été possible de fabriquer des échantillons d'épaisseur supérieure à 28 mm. De ce fait, l'épaisseur de l'échantillon a été augmentée par superposition de deux galettes de matériau comme indiqué à la figure 3.6 pour obtenir une épaisseur globale de 56 mm. Cette méthode comporte tout de même des limites puisque le matériau obtenu présente de nouvelles propriétés notamment dues aux interfaces. Ce biais expérimental n'empêche pas la comparaison entre les différents matériaux.

$$f = \frac{\tilde{c}_{\text{éq}}}{4h} \quad (3.10)$$

La figure 3.7 présente deux courbes expérimentales (bleue et noire) et une courbe moyenne (rouge) décrivant l'évolution de l'absorption acoustique d'un échantillon B1_40 d'épaisseur de 56 mm en fonction de la fréquence. Deux combinaisons de superpositions de cylindres provenant de la même plaque ont été testés. Comme défini dans le paragraphe 2.3.2 les faces A et B de l'éprouvette sont respectivement au contact avec le haut et le fond du moule. La courbe bleue correspond à l'absorption de l'échantillon dans la configuration de la figure 3.8a, pour laquelle l'onde sonore traverse le cylindre 1 de A vers B puis le cylindre 2 de A vers B et la courbe noire

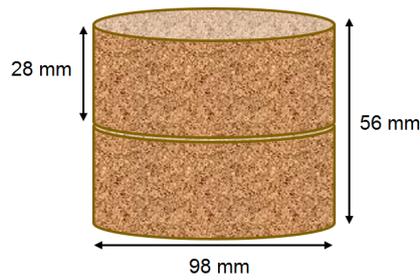


FIGURE 3.6 – Échantillons cylindriques pour la caractérisation acoustique au tube à impédance superposés pour une augmentation fictive de l'épaisseur.

correspond à la configuration de la figure 3.8b. Enfin, la courbe rouge est la moyenne des deux courbes sur la plage de fréquences considérée. Comme prévu, l'augmentation de l'épaisseur de

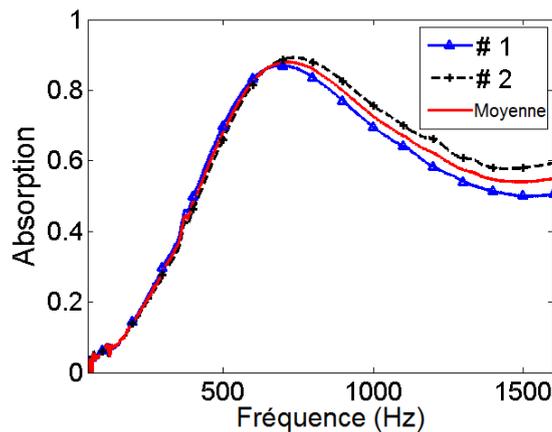


FIGURE 3.7 – Absorption acoustique de *B1_40* d'épaisseur 56 mm dont les cylindres sont superposés suivant deux configurations (figure 3.8).

l'échantillon a permis de décaler le pic de résonance du premier mode vers les basses fréquences visible entre 0 et 1600 Hz. L'évolution de l'absorption est en accord avec celle observée sur d'autres matériaux fibreux [75, 74]. Cependant, on observe une baisse de 10% de l'amplitude du pic d'absorption lorsque l'épaisseur augmente (0,98 à 28 mm contre 0,89 à 56 mm) probablement due à la discontinuité de la matière. Néanmoins, en dépit de ce biais expérimental, l'absorption acoustique des sept matériaux a été caractérisée à partir des courbes moyennes résultant de l'empilement de deux cylindres dans les configurations de la figure 3.8. Les mesures ont été réalisées une seule fois.

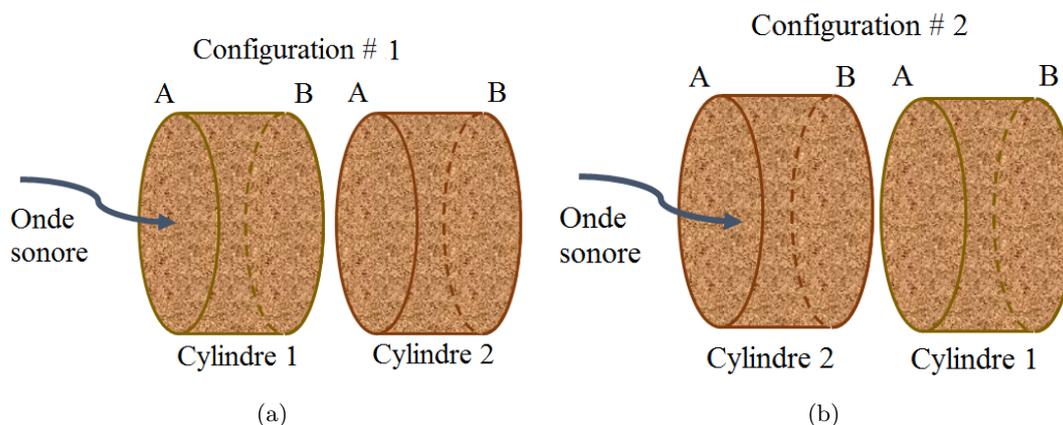


FIGURE 3.8 – Deux dispositions de superposition d'échantillons provenant d'une même plaque composite

3.1.4 Influence du taux massique de fibre sur l'absorption acoustique

L'influence du taux massique des fibres sur l'absorption acoustique, des matériaux à fibres $B1$, est présentée dans la figure 3.9. Deux types de comportements distincts peuvent être décrits. Les matériaux $B1_55$ et $B1_40$ présentent un pic d'absorption entre 350 et 700 Hz tandis que l'absorption de l'échantillon $B1_70$ est continument croissante sur la plage de fréquences considérées. Ainsi, $B1_70$ présente un coefficient d'absorption dégradé. Des hypothèses visant à expliquer cette différence de comportement seront présentées subséquemment. Par ailleurs, comme présenté dans le tableau 3.1, l'éprouvette $B1_40$ possède le coefficient d'absorption le plus élevé, suivie de $B1_55$ et de $B1_70$. Ainsi, l'absorption sonore en basses fréquences augmente quand le taux massique de fibre diminue. Cette remarque est également valable pour les diamètres de fibres $B05$ et $B2$, figure 3.10. En outre, on constate que plus le taux massique de fibres est faible, plus le pic d'absorption est prononcé.

3.1.5 Influence du diamètre de fibre sur l'absorption acoustique

La figure 3.10 présente les évolutions de l'absorption acoustique des matériaux $B05_47$, $B05_62$, $B2_47$ et $B2_62$ en fonction de la fréquence. On constate que les courbes d'absorption des composites à fibres fines sont inférieures à celles des composites à fibres plus grossières. Par ailleurs, comme noté dans la figure 3.9, on distingue le comportement des composites à fibres $B05$ dont l'absorption est croissante monotone, de celui des composites à fibres $B2$ qui possèdent un pic d'absorption entre 350 et 1000 Hz. Pourtant, une étude de la porosité a révélé que les sept

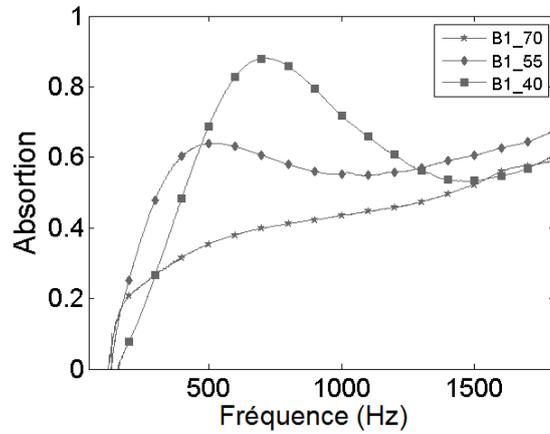


FIGURE 3.9 – Influence du taux de fibres sur l’absorption en fonction de la fréquence sur la classe de fibres intermédiaire *B1*.

Matériau	α_{min} (350-1000 Hz)	α_{max} (350-1000 Hz)	Diamètre moyen des pores (mm)
<i>B05_47</i>	0,36	0,48	1,03 (30%)
<i>B05_62</i>	0,16	0,32	0,79 (41%)
<i>B1_40</i>	0,38	0,88	2,61 (25%)
<i>B1_55</i>	0,55	0,64	1,86 (16%)
<i>B1_70</i>	0,29	0,44	1,14 (39%)
<i>B2_47</i>	0,44	0,79	2,07 (25%)
<i>B2_62</i>	0,50	0,64	3,29 (6%)

TABLEAU 3.1 – Coefficients d’absorption acoustique minimale et maximale sur l’intervalle [350 - 1000] Hz et diamètres moyens des pores mesurés par analyse d’images. COV entre parenthèses.

matériaux ont une porosité globale constante autour de 71% (tableau 2.12). Par conséquent, afin d'expliquer cette différence de comportement, un bref examen de la micro-structure (décrit dans le paragraphe 2.3.2) a été réalisé par analyse d'images. Le tableau 3.1 relate les résultats obtenus. Il apparaît que l'absorption est maximale quand le diamètre des pores est de 2,6 mm et reste élevée dans l'intervalle [2,0 ; 3,29] mm. En revanche, la présence de pores plus petits dont les dimensions sont inférieures ou égales à 1,0 mm induit des pertes visco-thermiques importantes, ce qui entraîne l'atténuation du pic d'absorption [75]. Cette hypothèse pourra être confirmée par la caractérisation de la tortuosité et de la résistivité au passage de l'air des matériaux. Pour résumer, cette étude a montré que l'absorption acoustique augmente avec le diamètre des fibres mais diminue avec la teneur en fibres. Les matériaux étudiés présentent des comportements classiques à ceux des matériaux poreux fibreux mentionnés dans la littérature [1, 65],

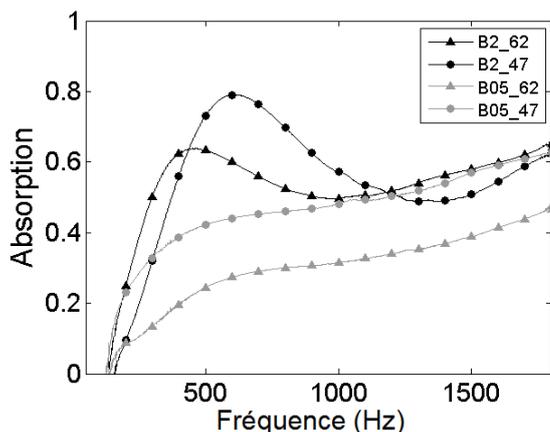


FIGURE 3.10 – Influence du diamètre des fibres sur l'absorption sonore en fonction de la fréquence.

3.2 Caractérisation mécanique

La bibliographie met en relief l'importance particulière des essais quasi-statiques de compression et de flexion dans la caractérisation des matériaux poreux fibreux [41, 1, 59, 64, 80]. Aussi, cette partie présente dans un premier temps, les essais réalisés en compression dans le plan de fabrication et perpendiculairement à celui-ci et dans un second temps, des essais de flexion en 3 et 4 points. Les modules élastiques, contraintes et déformations maximales, et énergies dissipées sont identifiés à partir de ces sollicitations. De plus, une analyse par stéréocorrélation d'images a permis de visualiser les champs de déformations et d'identifier la phénoménologie des

mécanismes menant à la rupture des matériaux.

3.2.1 Dispositif expérimental

Les essais mécaniques ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction électromécanique *MTS Criterion 45* de capacité maximale 100 kN avec une précision de $\pm 0,5\%$ pour une force appliquée et de moins de 0,01 mm/min pour une consigne de vitesse et de $\pm 0,5\%$ pour le déplacement. La machine est équipée de dispositifs permettant de fixer des équipements de compression et de flexion 3 et 4 points comme montré dans la figure 3.11. Tous les essais ont été pilotés en déplacement, à une vitesse constante de 2 mm/min et avec un capteur de force de 10 kN. Pour chaque type de sollicitation, les essais ont été triplés afin d'évaluer la variabilité des matériaux et réalisés dans les mêmes configurations. Ainsi, la dite face A du matériau, en contact avec le châssis supérieur du moule (figure 2.22), est toujours au contact avec la partie supérieure du tas de compression ou de l'appui de flexion.

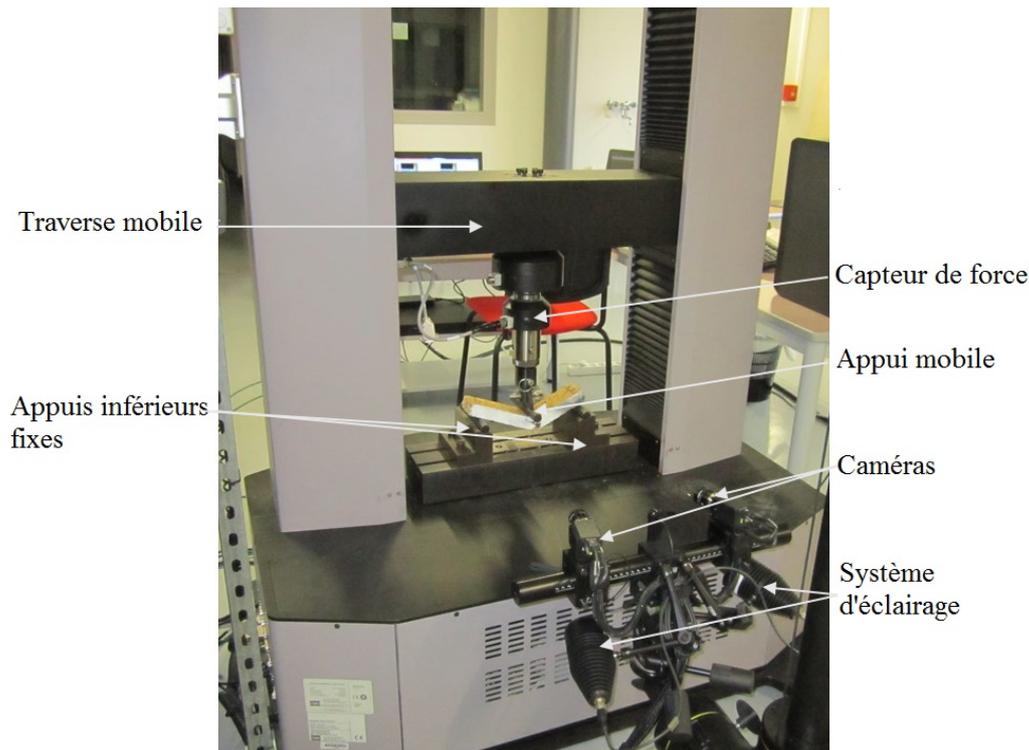


FIGURE 3.11 – Essai de flexion 3 points réalisé au moyen d'une machine de traction et filmé avec le dispositif de stéréo-corrélation d'images.

Afin de mesurer les champs de déformation, les essais de compression et de flexion sont filmés et traités par le système de stéréo-corrélation *GOM Aramis 5M*, dont le principe de mesure consiste à comparer deux images correspondant à deux états de déformation de l'objet. Le

système mesure la ressemblance entre deux pixels en calculant le score de corrélation déterminé au voisinage de ces derniers. L'efficacité de cette technique dépend du caractère discriminant et aléatoire de la surface de l'éprouvette. Dans le cas contraire, il convient de créer cette surface par projection aléatoire de peinture (mouchetis) ou par la création d'une surface granulaire [96]. Au demeurant, le contraste naturel lié à la porosité des composites bagasse/epoxy ne suffisait pas pour la mise en œuvre de cette méthode. C'est ainsi que l'une des faces latérales des éprouvettes a été recouverte d'une fine couche de silicone durcissant à température ambiante, afin d'obtenir une surface lisse, qui a été peinte en blanc et mouchetée par des points de peinture noire d'un diamètre maximal de 0,5 mm. Le surplus de rigidité, autour de 0,7 à 6 MPa, apporté par le silicone et la peinture est faible par rapport à celui des matériaux testés, comme nous le verrons plus loin [97]. Par conséquent, l'hypothèse est faite que le silicone ne modifie pas de façon significative les propriétés mécaniques du matériau.

Comme indiqué dans la figure 3.11, le dispositif de stéréo-corrélation utilisé est équipé de deux caméras *Schneider Kreuznach Xenoplan 1.9/35- 0901* d'une résolution de 2448*2050 pixels, d'un dispositif d'éclairage, d'un système d'acquisition et d'un ordinateur avec le logiciel Aramis. Les caméras sont préalablement calibrées au moyen d'une plaque étalon. Grâce à un dispositif de déclenchement de l'acquisition des données à partir d'un signal extérieur (trigger), la prise d'images commence lorsque le signal de force de la machine de traction atteint 10 N. Ensuite une image est prise tous les 10 N jusqu'à 150 N et les suivantes, toutes les secondes jusqu'à la fin de l'essai, dans la limite de 460 images au maximum.

3.2.2 Essais de compression

En raison du caractère intuitif de leur mise en œuvre, les essais de compression sont couramment utilisés pour la caractérisation des matériaux de construction naturels, notamment des bétons de chanvre [94]. Ces essais ne sont pas normalisés. Bien que les géométries diffèrent, les éprouvettes cubiques ou cylindriques sont les plus utilisées [1, 66]. Par ailleurs, du fait de l'anisotropie des bétons de chanvre par exemple, deux types d'essais sont généralement réalisés par des sollicitations parallèle et perpendiculaire à la direction de compactage. Dans la présente étude, l'observation de la microstructure des matériaux au paragraphe 2.3.2, a révélé une isotropie transverse induite par le procédé de fabrication par thermo-compression. Afin de quantifier le degré d'anisotropie du matériau, les essais de compression sont réalisés sur des échantillons cubiques, de 28 mm de côté, le long des axes z et y, comme illustré dans la figure 3.12. Le repère utilisé est défini par rapport à la direction de fabrication. Ces essais, respectivement nommés

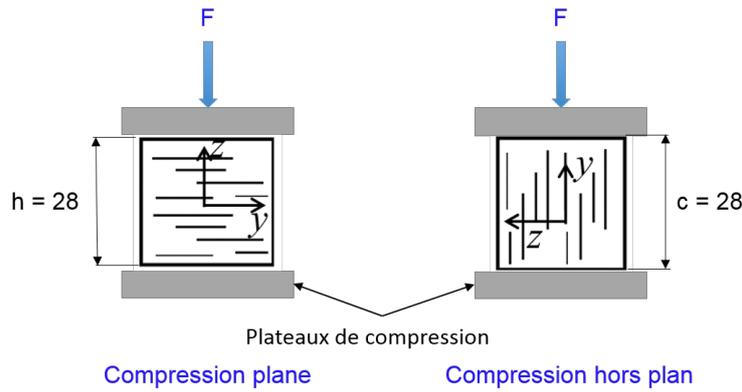


FIGURE 3.12 – Géométrie des éprouvettes de compression. Unités en mm. Deux directions de sollicitation en compression : parallèlement (a) et perpendiculairement (b) au plan de fabrication.

compression plane et compression hors plan, sont réalisés dans la configuration de la figure 3.12, dans laquelle la charge (F) est appliquée à l'aide de plateaux non rotulés. La déformation axiale est calculée par le déplacement de la traverse (Δc). Les contraintes ($\sigma_z^{comp.}$ et $\sigma_y^{comp.}$), les déformations ($\epsilon_z^{comp.}$ et $\epsilon_y^{comp.}$) et les modules élastiques ($E_z^{comp.}$ et $E_y^{comp.}$) de compression, calculés dans le domaine linéaire, sont déterminés à l'aide des relations (3.11), (3.12) et (3.13) qui reposent sur l'hypothèse des petites perturbations (HPP), l'isotropie et l'homogénéité du matériau. c représente la longueur du côté du cube. Le plan d'expériences (tableau 2.11) établi lors de la fabrication des matériaux permettra d'identifier le facteur le plus influent sur les propriétés en compression.

$$\sigma_{z/y}^{comp.} = \frac{F}{c^2} \quad (3.11)$$

$$\epsilon_{z/y}^{comp.} = \frac{\Delta c}{c} \quad (3.12)$$

$$E_{z/y}^{comp.} = \frac{\Delta F}{c \Delta c} \quad (3.13)$$

3.2.2.1 Compression plane

Dans ce paragraphe, les essais de compression suivant l'axe z sont présentés. Il traitera des comportements obtenus, de l'analyse post-mortem et des champs de déformations des éprouvettes.

3.2.2.1.1 Comportements et propriétés mécaniques

Le comportement typique en compression plane est représenté dans la figure 3.13, pour le matériau *B1_55*, correspondant au centre du domaine du plan d'expériences. L'allure des courbes est similaire pour l'ensemble des matériaux testés. Trois zones matérialisées sur la figure 3.13 sont distinguées. Tout d'abord dans la zone I, on observe une augmentation linéaire de la contrainte en fonction de la déformation, assimilée à un comportement élastique du matériau. Le module de compression plane (E_z^{comp}) y est calculé et la résistance à la compression (σ_z^{yield}) est définie comme la contrainte maximale de cette zone (tableau 3.2). La deuxième partie de la courbe (zone II), représentée par un plateau entre 3,5% et 11% de déformation, correspond à une variation importante de la déformation pour une faible variation de la contrainte. Walker et al. [63] montrent sur des bétons de chanvre, qu'au cours de cette étape, les cellules poreuses s'effondrent par la rupture du liant. Enfin, la dernière zone III, dans laquelle la contrainte augmente et tend vers une asymptote, illustre le phénomène de densification. Les pores sont complètement écrasés et le comportement de l'échantillon se traduit par une reprise de la plus grande partie des efforts par les fibres de bagasse [64]. Il s'agit d'un comportement classique observé sur des matériaux poreux comme des mousses polymériques et des bétons de chanvre [98, 67, 94].

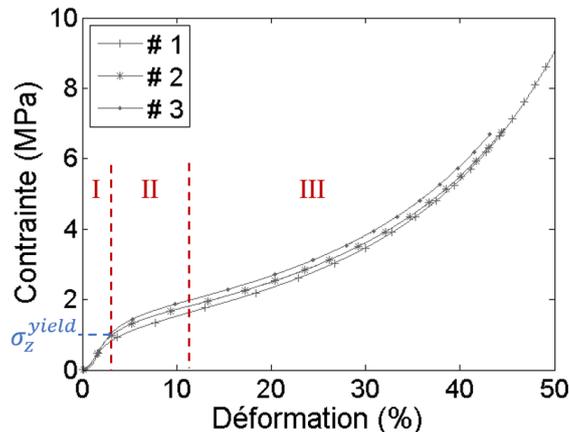


FIGURE 3.13 – Courbes contrainte/déformation pour le matériau *B1_55* en compression plane.

Comme mentionné précédemment, les essais de compression ont été instrumentés d'un dispositif de corrélation d'images qui a permis de mesurer les déformations locales sur toute la surface de l'éprouvette ($28 * 28 \text{ mm}^2$). Les déformations macroscopiques ($\epsilon_{z_mes}^{comp.}$) correspondant aux déformations moyennes mesurées sur l'ensemble de la surface de l'éprouvette sont comparées aux valeurs de déformations calculées ($\epsilon_z^{comp.}$) par la relation (3.12) et représentées dans

la figure 3.14 en fonction du déplacement de la traverse. La déformation $\epsilon_{z_mes}^{comp.}$ augmente linéairement et continument jusqu'au tour de 5 mm. Au-delà, le signal est perturbé. Il semble que le bruit des mesures à partir de 5 mm soit dû à l'expulsion du silicone enduit sur la surface de l'éprouvette hors du plan de vision de la caméra. En effet, du fait des déformations importantes du matériau et du détachement du silicone, la corrélation d'images n'est utilisable que dans les premières phases de compression. Par ailleurs, les limites de ce dispositif sont également soulignées par Garcia [99] pour l'identification des faibles déformations. Pour ces raisons, les modules de compression sont déterminés entre 1,5% et 2% des déformations calculées. Les courbes contrainte/déformation dans la suite de l'étude représentent les déformations calculées ($\epsilon_z^{comp.}$) dans les hypothèses (HPP) à partir du déplacement de la traverse.

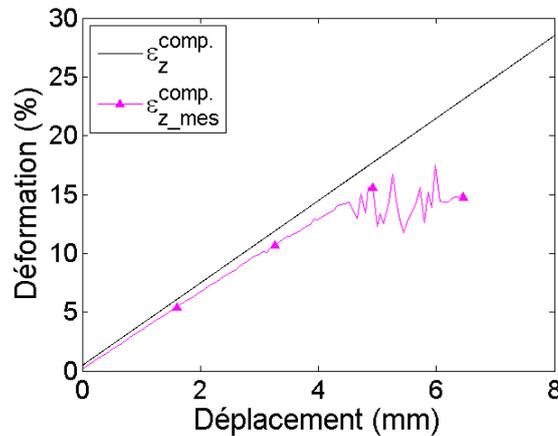


FIGURE 3.14 – Déformations calculée à partir du déplacement de la traverse ($\epsilon_z^{comp.}$) et mesurée ($\epsilon_{z_mes}^{comp.}$) par analyse d'images d'une éprouvette *B1_55* en compression plane.

Compte tenu du comportement en trois phases du matériau, on s'intéresse aux propriétés d'absorption d'énergie. En effet, plusieurs auteurs, ayant travaillé sur des bio-composites poreux fibreux, ont caractérisé l'énergie d'absorption de leurs matériaux à partir des essais de compression [100, 101, 102]. Afin de situer les matériaux étudiés par rapport à ceux de la littérature, l'énergie absorbée ($W_z^{35\%}$) à une déformation arbitraire de 35% est calculée sur les tests de compression plane. Elle correspond à l'aire sous la courbe contrainte/déformation jusqu'à 35% et est calculée à partir de la relation (3.14).

$$W_z^{35\%} = \int_0^{0,35} \sigma_z^{comp.} d\epsilon_z^{comp.} \quad (3.14)$$

Matériau	Compression plane				Compression hors plan			
	$E_z^{comp.}$ (MPa)	σ_z^{yeld} (MPa)	$W_z^{35\%}$ (J/m^3)	Dommage	$E_y^{comp.}$ (MPa)	σ_y^{max} (MPa)	$\epsilon_y^{comp.}$ (%)	Dommage
B05_47	68 (17%)	1,95 (9%)	1,37 (39%)	Absence de rupture	103 (26%)	2,27 (25%)	4,01 (17%)	Rupture à 45°
B05_62	44 (11%)	1,11 (6%)	0,74 (8%)		83 (50%)	2,02 (18%)	4,70 (14%)	
B1_40	23 (11%)	0,76 (9%)	0,63 (8%)		97 (10%)	1,93 (8%)	3,68 (13%)	
B1_55	43 (21%)	1,16 (20%)	0,82 (7%)		98 (32%)	2,47 (10%)	5,07 (21%)	
B1_70	28 (20%)	0,72 (22%)	0,58 (17%)		94 (24%)	1,87 (22%)	4,30 (25%)	
B2_47	48 (20%)	1,27 (10%)	1,02 (5%)		125 (47%)	2,53 (22%)	3,85 (16%)	
B2_62	31 (20%)	0,94 (15%)	0,75 (7%)		49 (17%)	1,72 (13%)	6,42 (44%)	

TABEAU 3.2 – Modules, contraintes et déformations maximales, énergie dissipée à 35% de la déformation obtenus à partir des essais de compression. COV entre parenthèses.

3.2.2.1.1.1 Rigidité

Dans le tableau 3.2, les modules de compression plane des matériaux varient de 23 MPa à 68 MPa selon les matériaux. Bien qu'elle soit relativement faible, la rigidité des matériaux est du même ordre de grandeur que celle des bétons de chanvre (tableau 1.7). De plus, les coefficients de variabilité inférieurs à 21% indiquent que la rigidité des matériaux en compression plane est peu variable. Par ailleurs, l'évolution des courbes moyennes de la contrainte en fonction de la déformation dans la figure 3.15 montre que le module élastique des échantillons de classe de fibres *B1* augmente lorsque le taux massique de fibres (M_f) est compris entre 40% et 55%. À un M_f de 70%, le module diminue de 35% par rapport à celui du matériau *B1_55*. Ceci laisse penser qu'il existe une valeur seuil de teneur en fibres comprise entre 55% et 70% pour laquelle la rigidité de compression plane est maximale. Dans les paragraphes suivants, des hypothèses seront proposées pour expliquer cette observation.

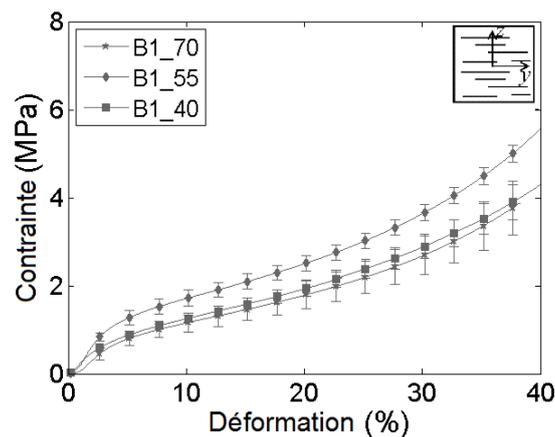


FIGURE 3.15 – Influence du taux de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation compression plane sur les composites renforcés par des fibres *B1*.

On constate, par ailleurs, qu'une augmentation du taux massique de fibres de 47% à 62% pour la classe de fibres *B05* diminue de 35% la rigidité des matériaux renforcés par ces dernières. Cette baisse de rigidité est identique (-35%) pour la classe *B2*. En outre, lorsque le diamètre de fibres diminue (de *B2* à *B05*) le module augmente de 29% pour les deux taux de fibres (47% et 62%) d'après l'analyse du tableau 3.2. Ces observations laissent penser que les diamètres de fibres et les taux massiques de renfort sont directement corrélés à la rigidité. Cependant, les courbes contrainte/déformation des matériaux *B2_62*, *B05_62*, *B2_47* et *B05_47* représentées dans la figure 3.16 ne mettent pas en évidence ces constats. En effet, figure 3.16a, dans la zone linéaire (I), les courbes des matériaux *B2_62* et *B05_62* sont confondues et ne semblent donc pas suggérer de différence de rigidité. Toutefois, il faut rappeler que les courbes représentées

sont issues de la moyenne des trois essais. Par conséquent, l'influence du diamètre des fibres sur la rigidité n'est pas visible graphiquement.

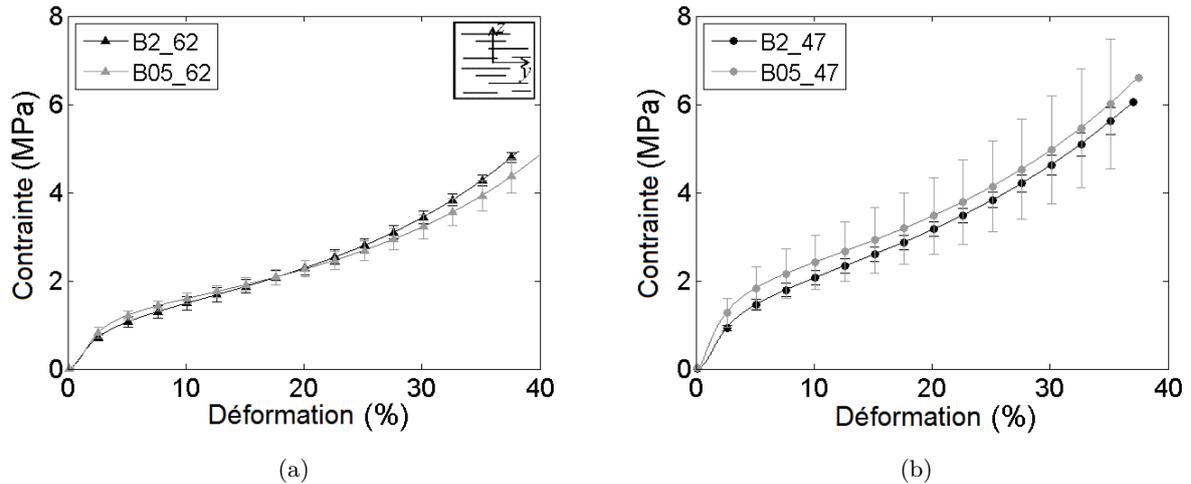


FIGURE 3.16 – Influence du diamètre des fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en compression plane des matériaux *B2_62* et *B05_62* (a) et *B2_47* et *B05_47*.

3.2.2.1.1.2 Limite élastique

Les limites élastiques (σ_z^{yield}) données dans le tableau 3.2 varient de 0,7 MPa à 1,9 MPa selon le matériau. Ces valeurs sont comparables à celles des bétons de chanvre (1,18 - 6,87 Mpa) pour des comportements en compression similaires [94]. Globalement, les matériaux sont peu résistants et ont une grande capacité à se déformer, notamment le matériau *B1_70* dont les module et la limite élastique sont les plus faibles.

Tout comme pour la rigidité, il existe une valeur de taux massique seuil, comprise entre 55% et 70%, au delà de laquelle la limite élastique chute pour les matériaux à fibres *B1* (figure 3.15). En effet, à un taux massique de fibres de 70%, la limite élastique diminue de 38% par rapport à celle du matériau *B1_55*. De plus, la figure 3.16 souligne l'effet du diamètre des fibres sur les limites d'élasticité aux deux taux massiques de fibres. Lorsque le diamètre diminue, de *B2* à *B05*, la limite élastique augmente de 35% et de 15% respectivement pour les M_f de 47% et 62%. Ainsi, le diamètre de fibre semble avoir une influence plus importante sur la limite élastique que sur la rigidité. L'analyse de surface de réponse des modules et des limites élastiques confirme cette observation.

3.2.2.1.1.3 Énergie absorbée

L'énergie absorbée étant l'aire sous la courbe contrainte/déformation, c'est principalement la zone II (figure 3.13) de la courbe qui est intéressante. D'ailleurs, Guillon [103] montre que les courbes contrainte/déformation des matériaux le plus efficaces pour la maximisation de l'absorption d'énergie présentent un plateau, ce qui signifie que l'effort à fournir pour écraser la structure est constant au cours de l'écrasement.

En ce qui concerne les matériaux de l'étude, les énergies absorbées à 35% de déformation ($W_z^{35\%}$) sont comprises entre 0,58 et 1,37 J/m^3 (tableau 3.2). De plus, comme pour la rigidité, on constate que l'évolution de l'énergie n'est pas monotone avec le taux massique de renfort. Ainsi, une hausse du taux de fibres augmente la capacité du matériau à absorber de l'énergie jusqu'à une valeur seuil de M_f également comprise entre 55% et 70%. On note également qu'une augmentation du diamètre des fibres dégrade l'énergie absorbée de 26% pour un M_f de 47%. Les matériaux qui absorbent le plus et le moins d'énergie sont respectivement B05_47 et B1_70. L'analyse des coefficients du plan d'expériences attribués à chaque paramètre confirme ces observations et permet de trouver les paramètres optimum pour maximiser l'énergie.

3.2.2.1.1.4 Surfaces de réponses

Les valeurs négatives des coefficients du premier ordre (b_1 et b_2), dans le tableau 3.3 signifient qu'une augmentation du taux et du diamètre de fibres font globalement chuter les module, limite élastique et énergie absorbée en compression plane. Toutefois, l'effet du taux de fibres est prépondérant sur le diamètre de fibres puisque les b_1 sont 1,9 et 1,2 fois plus important que les b_2 respectivement pour le module et la limite élastique. De plus, les termes de couplage (b_{12}) positifs indiquent un effet contraire à celui imposé par les termes du premier ordre.

	Réponse	b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
Module ($E_z^{comp.}$)	Y_1	42,67	-5,08	-9,77	-17,40	12,33	4,09
Contrainte (σ_z^{yield})	Y_2	1,16	-0,21	-0,25	-0,42	0,35	0,30
Énergie absorbée ($W_z^{35\%}$)	Y_3	0,82	-0,17	-0,10	-0,22	0,27	0,21

TABLEAU 3.3 – Valeurs des coefficients des polynômes réponses des module, limite élastique et énergie absorbée 35% de déformation en compression plane.

Les surfaces de réponse de module, limite élastique et énergie absorbée à 35% de déformation présentent des formes de paraboloides hyperboliques, appelées "selles de cheval" (figure 3.17)

qui sont caractérisées par une double courbure. Même si les surfaces semblent symétriques, les propriétés maximales, dans le domaine d'étude, résultent de la combinaison des fibres les plus fines (0,5 mm) avec un taux massique de fibres autour de 55% selon le polynôme du plan expérimental. Au-delà de cette valeur optimale du taux de fibres les propriétés en compression plane (module, limite d'élasticité et absorption d'énergie) tendent à diminuer.

Deux effets contradictoires peuvent expliquer l'existence d'un optimum. Premièrement, si la proportion de fibres est importante, alors le taux massique de résine n'est pas suffisant pour assurer une bonne imprégnation des fibres. Par conséquent, la cohésion entre ces dernières est insuffisante pour transmettre les efforts. Deuxièmement, lorsque le taux massique de fibres augmente, le compactage des fibres de bagasse augmente également, du fait des différences de masses volumiques entre la bagasse et la résine, ce qui améliore les propriétés mécaniques. Ce ne sont que des hypothèses qu'il faudrait confirmer par des observations de la microstructure et des essais complémentaires. Néanmoins, des résultats similaires ont été observés sur des bétons de chanvre qui ont une architecture interne et un comportement mécanique proches du matériau étudié [94].

Par ailleurs, bien qu'elle le soit pour le module et l'énergie absorbée, l'influence du diamètre de fibres est le plus remarquable sur la limite élastique. En effet, la surface en forme de selle de cheval montre que la limite élastique est faible quand le diamètre de fibres se situe autour de 2 mm, augmente considérablement quand le diamètre de fibre diminue et dans une moindre mesure quand il vaut 3 mm. Deux phénomènes peuvent expliquer ces résultats. Le premier est peut-être lié à une différence d'enrobage des fibres selon leur diamètre. En effet, les fibres fines et courtes seraient mieux recouvertes de résine ce qui conduirait à une meilleure cohésion entre elles et par conséquent à une augmentation de la limite d'élasticité. S'agissant de l'augmentation observée pour les fibres de diamètre important, ce phénomène peut s'expliquer par une différence de propriétés entre les particules de canne à sucre. Les fibres plus grossières provenant de l'écorce seraient plus résistantes que celles en provenance du cœur de la canne (figure 1.2). Là encore, ces hypothèses devront être confirmées, d'autant plus que l'effet du diamètre de fibre sur les propriétés en compression plane est complexe.

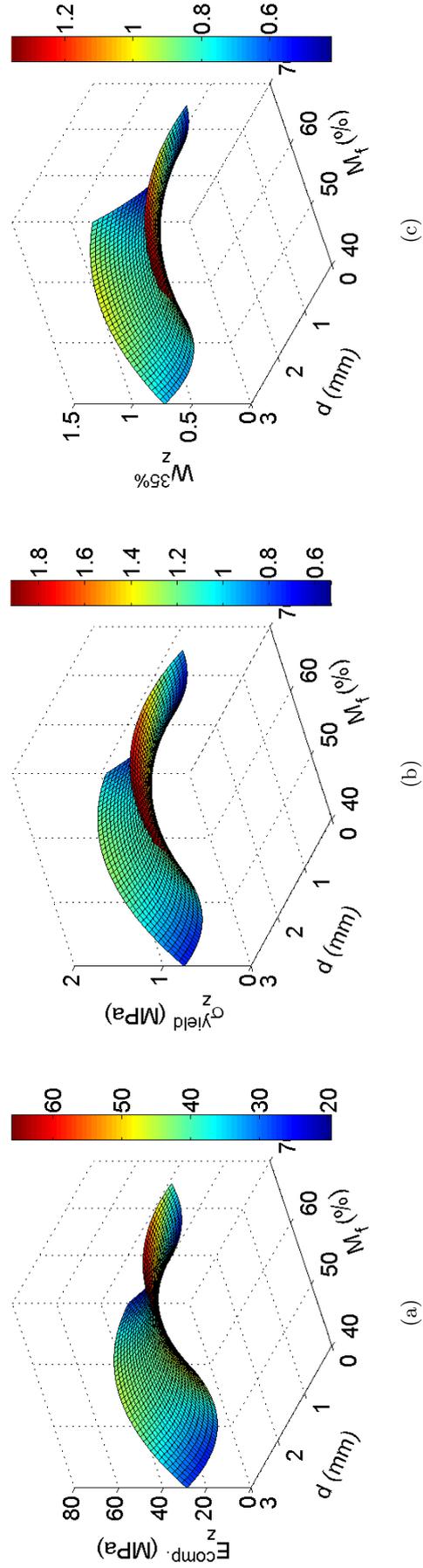
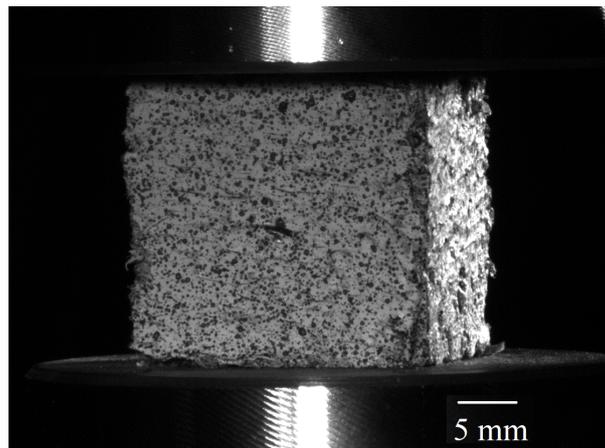


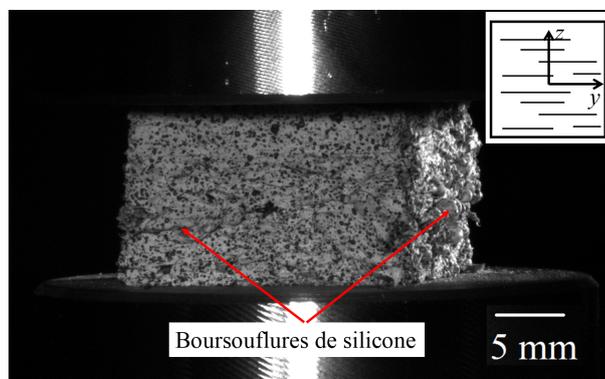
FIGURE 3.17 – Surfaces de réponses du module (a), de la limite élastique (b) et de l'énergie absorbée à 35% de déformation (c) de compression plane en fonction du diamètre des fibres (d) et du taux massique de fibre (M_f).

3.2.2.1.2 Analyse post-mortem et champs de déformations

Les images d'une éprouvette *B1_55* au début du chargement et à la contrainte maximale de 8 MPa sont présentées dans la figure 3.18. On peut noter que dans cette direction et au chargement maximal, l'éprouvette se déforme jusqu'à 90% de sa hauteur initiale, sans rupture apparente. De plus, on observe des boursouffures de silicone dont les faces ont été revêtues pour les besoins de la corrélation d'images, pointées par des flèches rouges. Ce phénomène dû à l'extraction du silicone sous l'effet du chargement traduit une déformation des pores de l'éprouvette. Par ailleurs, la faible variabilité des limites d'élasticité dans le tableau 3.2 ($< 22\%$) confirme l'absence de rupture aléatoire. On peut, néanmoins, supposer qu'il y a un endommagement progressif du matériau au delà de la limite d'élasticité (σ_z^{yield}) qui pourrait être mesuré par des essais de traction cyclés. En outre, il existe des déformations permanentes. Avec un écart moyen de 16% entre les hauteurs avant et après chargement, l'éprouvette ne revient pas à sa forme initiale.



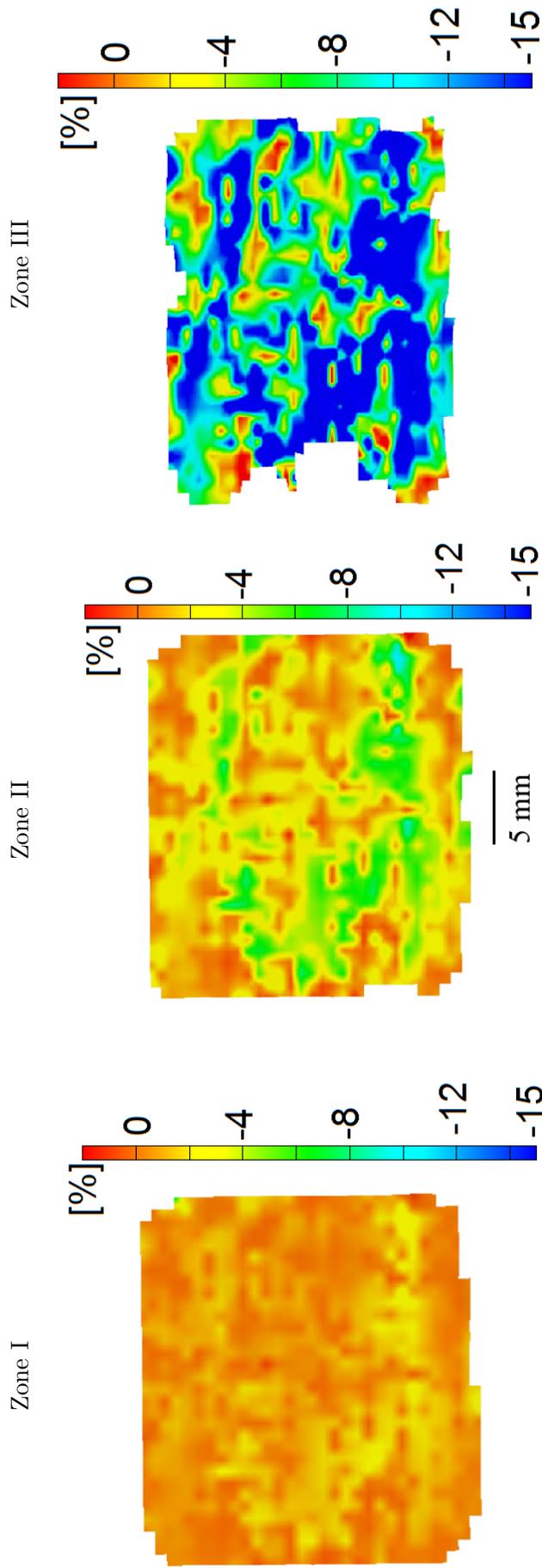
(a)



(b)

FIGURE 3.18 – Eprouvette *B1_55* avant chargement (a) et à la contrainte maximale (b).

Les champs de déformation mesurés par analyse d'images d'une éprouvette *B1_55* sont présentés dans la figure 3.19. Ils correspondent aux zones définies sur la courbe contrainte/déformation (figure 3.13) et à la limite élastique (σ_z^{yield}). Les déformations relatives au comportement élastique du matériau (partie linéaire de la courbe) sont homogènes comme montré dans la figure 3.19a. À partir de σ_z^{yield} , figure 3.19b, il apparaît des zones de localisation des déformations par "paquets", distribuées aléatoirement sur la surface de l'éprouvette. En effet, les zones vertes dont les déformations sont comprises entre -4 et -8% sont deux à quatre fois plus importantes que celles des zones jaunes. Ensuite, le changement du vert au bleu traduit l'intensification des déformations au cours de la phase dite de "plateau" correspondant à l'écrasement des cellules poreuses [63]. Enfin, lors de la densification du matériau (figure 3.19c) le champ de déformation est hétérogène avec des régions très comprimées en bleu foncé, et quelques zones oranges, non déformées. Il est difficile d'identifier précisément chaque zone mais on peut penser que les zones bleues foncées reflètent l'écrasement des fibres entre elles. Par ailleurs, on note une diminution de la hauteur entre la première et la dernière image traduisant l'écrasement global de la structure, imposé par le déplacement de la traverse. De plus, la perte de données relative à l'absence de pixels sur le contour de la figure 3.19c s'explique par les boursouffures du silicone évoquées dans la figure 3.18. Comme expliqué précédemment, le logiciel de corrélation d'images ne retrouvent plus les pixels contigus et ne peut pas calculer de déformation. Ainsi, l'analyse des champs de déformation par corrélation d'images et des images post-mortem confirment que les matériaux de l'étude ont un comportement classique en trois phases, cohérent avec les descriptions faites sur les bio-composites poreux décrits dans la littérature [63, 64, 59, 66].



(a)

(b)

(c)

FIGURE 3.19 – Champs des déformations d’une éprouvette $B1_55$ sollicitée en compression plane dans la zone (I) linéaire ($\sigma_z^{comp.} = 0,59 MPa$) (a), à σ_z^{yield} ($= 1,1 MPa$) (b) et dans la zone (III) de densification ($\sigma_z^{comp.} = 2,4 MPa$) (c) de la courbe contrainte/déformation.

3.2.2.2 Compression hors plan

Afin de caractériser complètement les comportements des matériaux, des essais de compression transverse ont été réalisés (figure 3.12). Selon une étude préliminaire, les comportements en compression perpendiculairement à la direction de fabrication suivant les axes x ou y sont identiques. D'ailleurs la littérature confirme cette hypothèse. Par conséquent, seuls les essais effectués suivant l'axe y sont présentés dans ce paragraphe.

3.2.2.2.1 Comportements typiques et propriétés mécaniques

Le comportement typique en compression perpendiculairement à la direction de fabrication (plan zx) des matériaux de l'étude est représenté pour trois éprouvettes $B1_55$ dans la figure 3.20. Les courbes d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation présentent une première partie correspondant à la mise en place de l'essai, à de faibles niveaux de contraintes. Cette phase est probablement due au défaut de parallélisme entre les faces de l'éprouvette. Le comportement est ensuite linéaire jusqu'à une contrainte maximale, avant une baisse suivie d'une stabilisation. Les essais #1 et #2 montrent une chute franche de la contrainte ce qui traduit une rupture fragile tandis que l'essai #3 présente une rupture plus progressive comparable à un comportement ductile. Cette variabilité au sein du même matériau souligne la complexité de l'identification d'un comportement type et explique les fortes variabilités observées sur les contraintes à la rupture dans la suite du paragraphe. Toutefois, l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en compression hors plan contraste nettement avec celle observée en compression plane. Cette différence de comportement illustre le caractère anisotrope des matériaux mise en évidence dans le paragraphe 2.3.2. La suite de l'étude permettra d'évaluer le degré d'anisotropie.

Dans la figure 3.21 sont superposées les déformations calculées à partir du déplacement de la traverse, $\epsilon_y^{comp.}$ (équation (3.12)) et mesurées ($\epsilon_{y_mes}^{comp.}$) par corrélations d'images. La courbe claire représente les déformations maximales mesurées à la surface de l'éprouvette ($28*28\text{ mm}^2$). Tout d'abord, les déformations croissent linéairement puis évoluent en dents de scie avant de se stabiliser de manière asymptotique. La pente de la partie linéaire est quasiment identique à celle des déformations calculées avec un écart de 15% entre 0,5 mm et 1 mm de déplacement de la traverse. Ceci indique qu'un cube de 28 mm de coté peut représenter un bon volume élémentaire représentatif (VER) du matériau lorsque ce dernier est sollicité dans la zone linéaire. Par ailleurs, du fait de cette bonne adéquation entre les déformations calculées et mesurées, dans

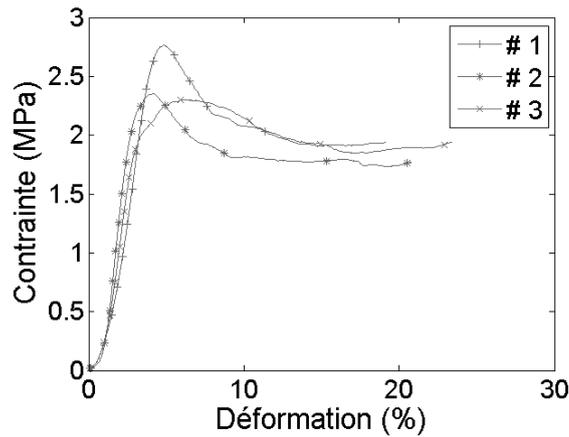


FIGURE 3.20 – Courbes contrainte/déformation en compression hors plan du matériau *B1_55*.

la suite du paragraphe, les contraintes des matériaux sont tracées en fonction des déformations calculées à partir du déplacement de la traverse. Enfin, l’alternance des montées et baisses des déformations pourrait s’expliquer par les ruptures successives par flambement des couches de fibres. Les phénomènes en jeu seront précisément détaillés postérieurement.

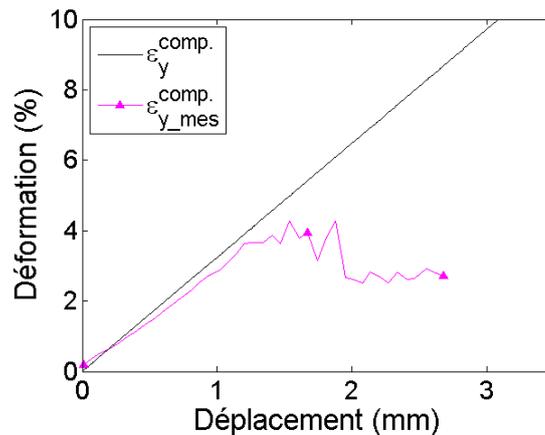


FIGURE 3.21 – Déformations théorique et mesurée par analyse d’images d’une éprouvette *B1_55* en compression hors plan.

3.2.2.2.1.1 Rigidité

Au regard des observations faites dans la figure 3.21, les rigidités sont calculées sur la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation, entre 1,5 et 2% de déformation.

La figure 3.22 présente les courbes moyennes des essais de compression hors plan des matériaux à fibres *B1*, auxquelles se superposent les écart-types. Elle montre l’influence du taux massique de fibres sur le comportement en compression hors plan. Tout d’abord, on remarque une superposition des courbes des matériaux *B1_40* et *B1_70* indiquant des comportements

comparables pour ce type de sollicitation. Cependant, les écart-types des courbes de l'ordre de 50% sont relativement élevés. Par conséquent, les tendances mises en évidence dans ces graphiques sont à modérer par la variabilité des matériaux. Ainsi, à la variabilité près, les modules des matériaux à fibres *B1* sont constants d'après les valeurs données dans le tableau 3.2. Le taux de fibre ne semble pas influencer la rigidité des matériaux à fibres *B1*.

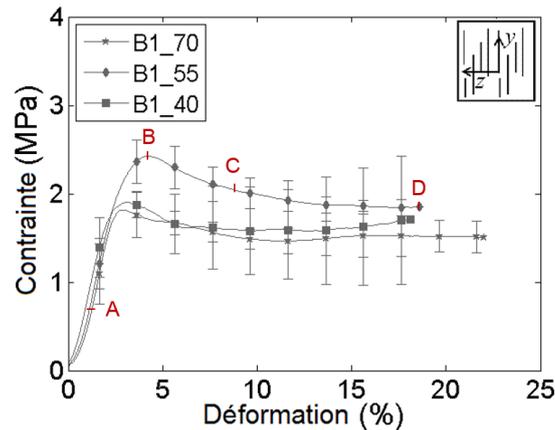


FIGURE 3.22 – Influence du taux de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation compression plan. Points de référence pour l'analyse des champs de déformation par corrélation d'images.

En revanche, pour les fibres fines (*B05*) et grossières (*B2*) on observe une diminution significative du module, -19% et -60% respectivement, quand le taux de fibres augmente de 47% à 62%. Ainsi, l'effet d'une augmentation du taux est remarquable surtout pour les grosses fibres. Par ailleurs, à taux de fibres constant, une augmentation du diamètre de fibre diminue la rigidité. Cet effet est clairement notable dans la figure 3.23 qui montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation des matériaux *B2_62*, *B05_62*, *B2_47* et *B05_47*. Ces constats traduisent un couplage important du diamètre de fibre et du taux massique de renfort sur la rigidité, qui sera confirmé par l'analyse des coefficients du polynôme de réponse en module (paragraphe 3.2.2.2.1.3). On note cependant qu'avec un module moyen de 125 MPa, *B2_47* est le matériau le plus rigide.

3.2.2.2.1.2 Résistance à la compression hors plan

La résistance à la compression hors plan est évaluée par la contrainte maximale à la rupture (σ_y^{max}). Contrairement aux observations faites sur les rigidités des matériaux à fibres *B1*, on observe une baisse significative de la résistance de 24%, au regard des faibles coefficients de variation (< 22%), lorsque le taux massique de fibres augmente de 55% à 70%. Cette diminution

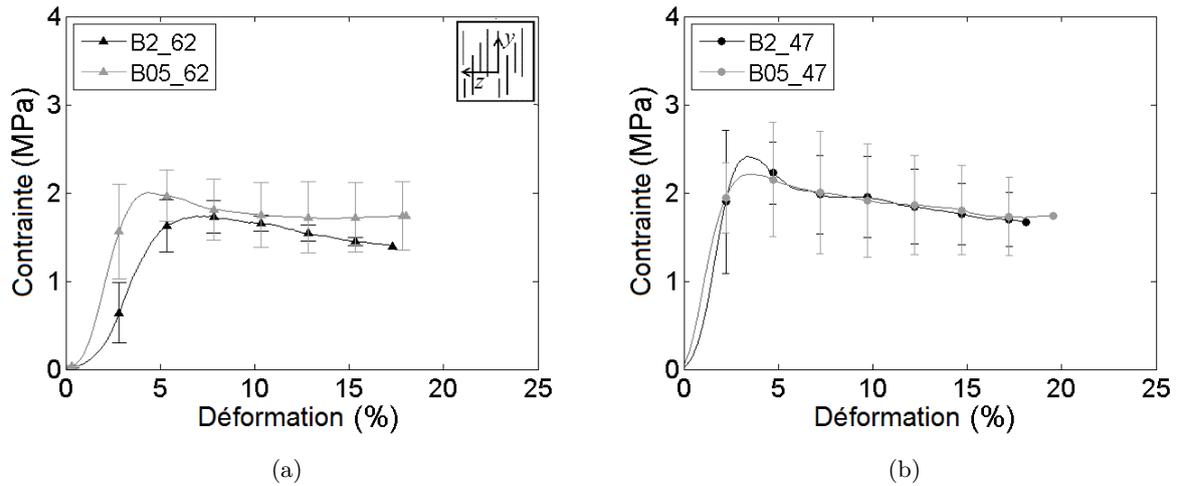


FIGURE 3.23 – Influence du diamètre de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en compression hors plan des matériaux $B2_62$ et $B05_62$ (a) et $B2_47$ et $B05_47$ (b).

est également remarquable lorsque le taux massique de fibre croît de 47% à 62%. Ainsi, tout comme en compression plane, il existe une valeur seuil de M_f pour laquelle la résistance à la compression hors plan est maximale. L'étude de la surface de réponse de la contrainte maximale traitée ultérieurement permettra de fixer cette valeur.

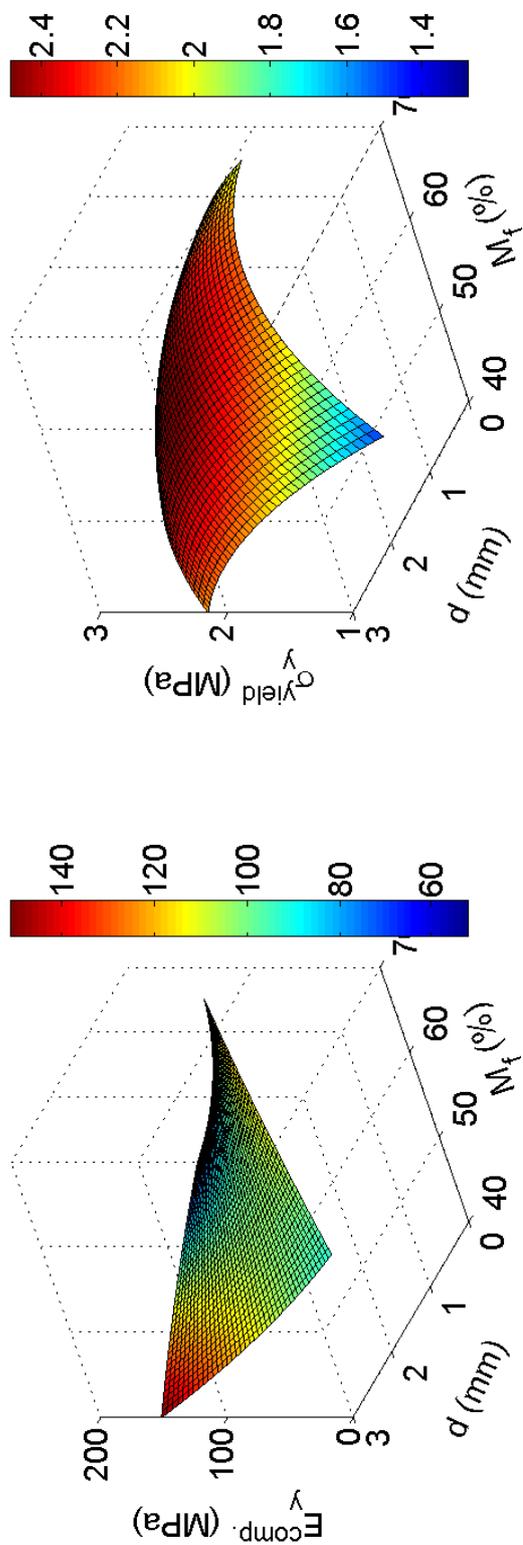
3.2.2.2.1.3 Surfaces de réponse

Comme pour la compression plane, les coefficients du premier ordre, relatifs à taux massique et au diamètre de fibres des réponses en module et contrainte sont négatifs (tableau 3.4). Par contre, les b_2 des module et contrainte sont respectivement 5 et 11 fois plus élevés que les b_1 . Par conséquent, le diamètre de fibre est le facteur le plus influent. Néanmoins, ce constat est à modérer au regard des valeurs élevées des termes de couplage b_{12} , indiquant une combinaison des effets non négligeables des deux paramètres sur les réponses en module et contrainte.

	Réponse	b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
Module ($E_y^{comp.}$)	Y_4	97,7	-17,1	-3,33	-2,40	9,51	-32,2
Contrainte (σ_y^{max})	Y_5	2,47	-0,11	-0,01	-0,45	-0,30	-0,32

TABLEAU 3.4 – Valeurs des coefficients des polynômes réponses des module et contrainte maximale en compression hors plan.

La surface de réponse du module de compression hors plan est monotone et présente un maximum pour les fibres dont le diamètre est supérieur à 2 mm et pour les faibles M_f . S'agissant de la résistance à la compression, la surface est une parabololoïde de révolution. Elle présente un maximum au centre du domaine avec des valeurs moyennes du taux massique et de diamètre de fibres. L'aire, matérialisée en rouge, de la surface de réponse est plus importante que celle de la compression plane (figure 3.17b). De ce fait, il existe un plus grand nombre de combinaisons des paramètres conduisant au maximum de résistance dans le domaine de l'étude. L'analyse du polynôme de réponse de la contrainte maximale permet d'affirmer que la valeur seuil de taux massique se situe autour de 55 % comme dans le cas de la compression plane.



(a) (b)
 FIGURE 3.24 – Surfaces de réponses du module (a) et de la contrainte hors plan en fonction du diamètre des fibres (d) et du taux massique de fibre (M_f).

3.2.2.2.2 Mode de rupture et champs de déformations

Contrairement aux essais réalisés en compression plane, les éprouvettes sollicitées en compression hors plan présentent plusieurs fissures (figure 3.25). Elles sont généralement orientées du bas vers le haut à 45° . Ce profil de rupture confirme l'effondrement des colonnes de fibres par flambement. L'étude de l'évolution des champs locaux de déformations au cours de l'essai de compression légitime cette hypothèse.

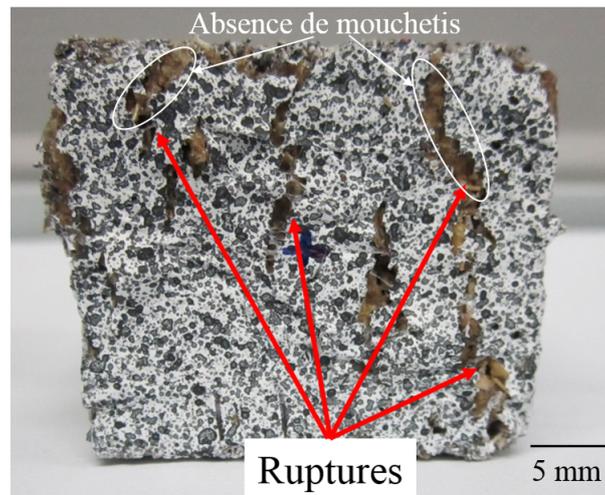


FIGURE 3.25 – Faciès de rupture en compression hors plan d'une éprouvette *B1_55*. Fissures orientées du bas vers le haut à 45° .

Les champs de déformations ($\epsilon_{y_{mes}}^{comp.}$) d'une éprouvette *B1_55* mesurés par corrélation d'images sont présentés dans la figure 3.26. La figure 3.26a montre les déformations à une contrainte de 0,71 MPa correspondant à la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation (point A) (figure 3.22). Les figures 3.26b et 3.26c montrent respectivement les déformations avant (point B à 2,77 MPa) et après (point C à 2,38 MPa) la chute de la contrainte. Enfin, les déformations en fin d'essai (point D à 2,08 MPa) sont présentées dans la figure 3.26d. Sur la première image, on observe déjà une localisation des déformations à de faibles niveaux de contraintes lorsque le comportement macroscopique du matériau est linéaire. Ensuite, les champs de déformations deviennent plus contrastés et leurs valeurs moyennes augmentent avec la contrainte jusqu'à la fin de l'essai. On peut noter que les zones peu déformées dès le début de l'essai, par exemple la zone encadrée en bas à gauche de l'éprouvette, le restent jusqu'à la fin. Puis, après la rupture (figure 3.26c), on constate une absence de pixels en haut à droite traduisant une perte de données. Ce problème d'acquisition est dû au décollement de peinture (figure 3.25) au moment de la rupture. Ainsi, il est possible de faire le lien entre les pixels manquants et la propagation

de la fissure. La figure 3.26d confirme donc la formation de fissures orientées à 45° .

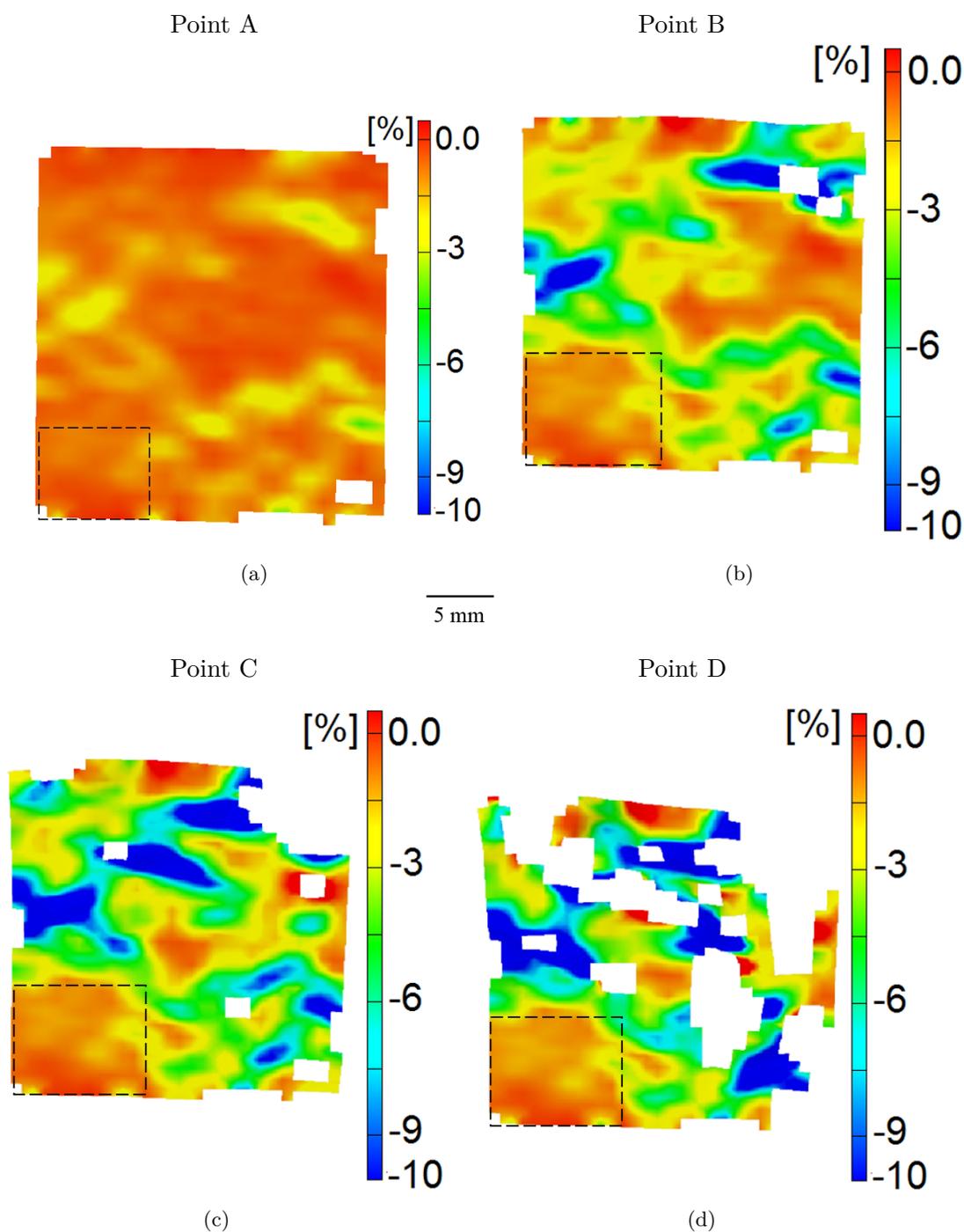


FIGURE 3.26 – Champs des déformations d’une éprouvette *B1_55* en compression hors plan correspondant au comportement élastique (à 0,71 MPa) (a), à la contrainte maximale (à 2,77 MPa) (b), dans la zone de stabilisation (à 2,38 MPa) (c) et à la fin de l’essai (à 2,08 MPa) (d) de la courbe contrainte/déformation, figure 3.22. Mise en évidence d’une zone peu déformée au cours de l’essai.

En vue d'identifier les mécanismes menant à la rupture des matériaux, une étude a également été menée sur les champs de déformations en cisaillement. La figure 3.27 présente ces déformations aux mêmes niveaux de contraintes que dans la figure 3.26, en référence aux quatre points de la figure 3.22. Les déformations en cisaillement ($\gamma_{zx}^{comp.}$) sont au moins 15 fois plus faibles que les $\epsilon_{y_{mes}}^{comp.}$. Lorsque le comportement est linéaire (figure 3.27a) les déformations de cisaillement sont homogènes et pratiquement nulles, puis elles augmentent avec la contrainte. À la force maximale (figure 3.27b) apparaissent des localisations de déformations négatives et positives matérialisées respectivement par les pixels bleus et oranges. Des bandes de cisaillement apparaissent (figure 3.27d). La comparaison des champs de déformations normales ($\epsilon_{y_{mes}}^{comp.}$) et de cisaillement ($\gamma_{zx}^{comp.}$) à déformation macroscopique égale montre une hétérogénéité plus importante des déformations $\epsilon_{y_{mes}}^{comp.}$. Par conséquent, la rupture est pilotée par les déformations $\epsilon_{y_{mes}}^{comp.}$.

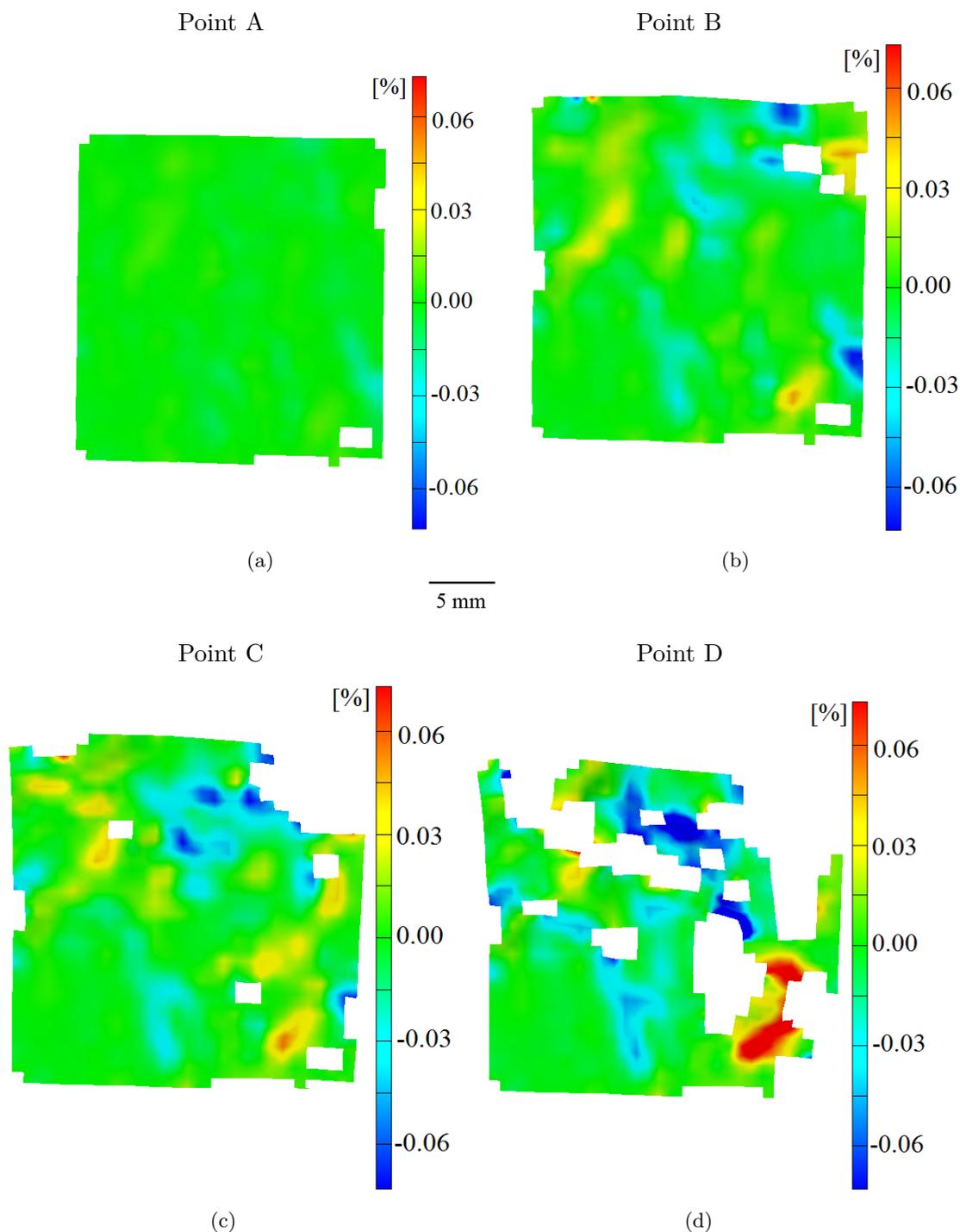


FIGURE 3.27 – Champs des déformations en cisaillement d’une éprouvette *B1_55* chargée en compression hors plan dans la zone linéaire (à 0,71 MPa) (a), à la contrainte maximale (à 2,77 MPa) (b), dans la zone de stabilisation (à 2,38 MPa) (c) et à la fin de l’essai (à 2,08 MPa) (d) de la courbe contrainte/déformation, figure 3.22.

3.2.2.3 Anisotropie

L'observation de la microstructure perpendiculairement et parallèlement au plan de fabrication a révélé une anisotropie des matériaux de l'étude (paragraphe 2.3.2). De plus, les essais de compression ont mis en évidence un comportement différent selon la direction de sollicitation. Les modules et contraintes donnés dans le tableau 3.2 indiquent que les matériaux sont plus rigides et plus résistants en compression hors plan qu'en compression plane. On peut penser que ces différences de propriétés sont principalement dues à la contribution des fibres, plus sollicitées en compression hors plan qu'en compression plane. Au vu de ces remarques et afin de quantifier cette anisotropie, les degrés d'anisotropie de module (ξ_E) et de contrainte (ξ_σ), sans dimension, sont calculés à partir des relations (3.15) et (3.16).

$$\xi_E = \frac{E_y^{comp.}}{E_z^{comp.}} \quad (3.15)$$

$$\xi_\sigma = \frac{\sigma_y^{max}}{\sigma_z^{yield}} \quad (3.16)$$

Les valeurs obtenues et tracées dans la figure 3.28 montrent qu'en général, l'anisotropie est plus marquée pour le module. Par ailleurs, on note une évolution similaire des deux degrés d'anisotropie. Les matériaux à fibres fines (*B05*) et *B2_62* ont les degrés les plus faibles tandis que les matériaux à fibres intermédiaires (*B1*) ont des niveaux d'anisotropie comparables. Ainsi, les matériaux *B05_47* et *B05_62* sont ceux dont les propriétés normales et transversales varient le moins. Les fibres fines et courtes, dont le diamètre est compris entre 0,5 et 1 mm, ont plus de facilité à s'orienter aléatoirement dans l'espace que les fibres plus grossières. En effet, plus les constituants se rapprochent d'éléments granulaires, moins les différences entre les deux sens sont importantes. A l'inverse, les fibres de diamètre compris entre 1 et 4 mm s'orientent préférentiellement sous forme de feuillet dans l'épaisseur et aléatoirement dans le plan de fabrication. De plus, les différences de propriétés suivant le sens de sollicitation peuvent être très importantes. A titre d'exemple, le matériau *B1_40* est 4,5 fois plus rigide lorsqu'il est chargé suivant l'axe *y* que suivant l'axe *z*. Ainsi, il convient de réfléchir à l'orientation du matériau en fonction de l'application désirée. Des essais de flexion sont réalisés dans la section suivante pour compléter la caractérisation du comportement mécanique des matériaux poreux.

3.2.3 Essais de flexion

Les essais de flexion sont effectués selon la norme *ISO 14125* [71], sur des échantillons de 280 mm de long, 57 mm de large et 28 mm d'épaisseur. Quatre éprouvettes ont été découpées

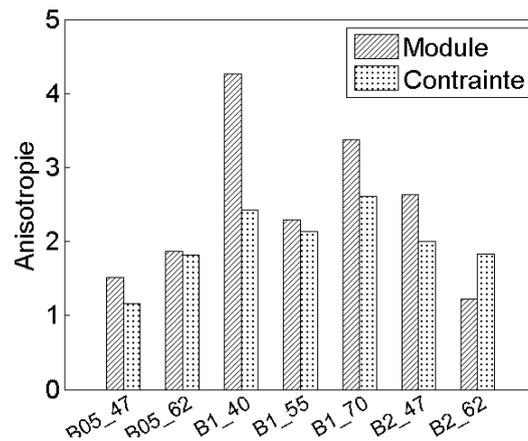


FIGURE 3.28 – Degré d’anisotropie calculés à partir des valeurs de module et contrainte.

sans lubrification à l’aide d’une scie à ruban à partir des sept types de plaques composites, préalablement détournées afin d’obtenir des bords francs comme montré dans la figure 3.29. Trois d’entre elles sont testées et la dernière est utilisée en cas d’échec d’un essai. Aucune trace de brûlure n’est visible sur les faces découpées, ce qui montre que la température de coupe est inférieure à celle de dégradation des fibres de 140°C. Les éprouvettes sont conservées à 24°C avec une humidité relative comprise entre 20% et 28%. En raison des dimensions du

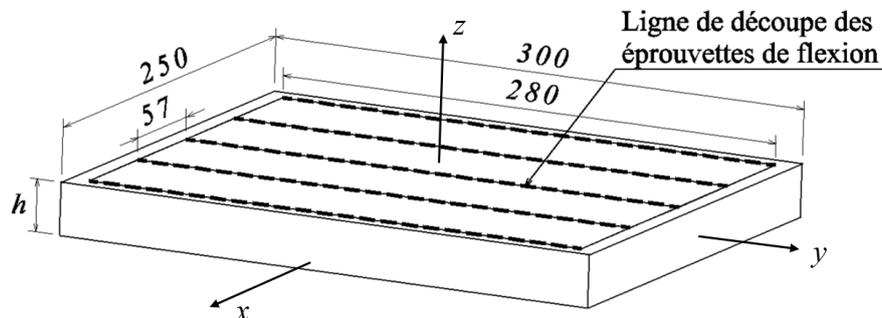


FIGURE 3.29 – Géométrie des plaques composites moulées et contour des éprouvettes de flexion. Notations et repérage. Unités en mm.

dispositif expérimental, le rapport de forme des éprouvettes (δ/h) est de 8,6, δ étant la distance entre les supports inférieurs réglés à 240 mm. La distance entre les supports supérieurs est de 80 mm pour la flexion en 4 points (figure 3.30). Les contraintes de flexion (σ_y^{3pts} et σ_y^{4pts}), les déformations (ϵ_y^{3pts} et ϵ_y^{4pts}) et les modules (E_y^{3pts} et E_y^{4pts}) sont calculés au moyen des équations (3.17) à (3.22) qui reposent sur des hypothèses simplificatrices basées sur l’hypothèse des petites perturbations, l’isotropie et l’homogénéité du matériau. F est la charge appliquée, b est la largeur de l’éprouvette, ν est le déplacement de la traverse et $\Delta F/\Delta \nu$ la pente de la courbe force déplacement dans le domaine linéaire.

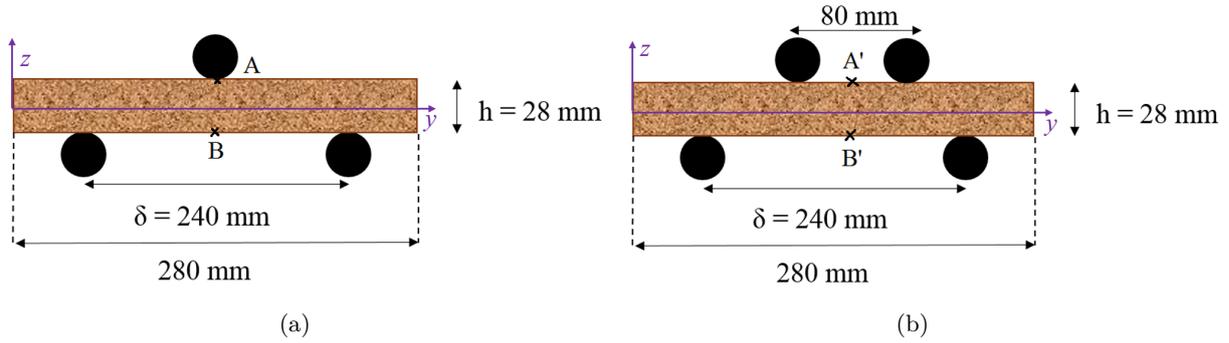


FIGURE 3.30 – Géométrie des éprouvettes et position des appuis en flexion 3 (a) et 4 points (b).

$$\sigma_y^{3pts} = \frac{3F\delta}{2bh^2} \quad (3.17)$$

$$\sigma_y^{4pts} = \frac{F\delta}{bh^2} \quad (3.18)$$

$$\epsilon_y^{3pts} = \frac{6h\nu}{\delta^2} \quad (3.19)$$

$$\epsilon_y^{4pts} = \frac{4,7h\nu}{\delta^2} \quad (3.20)$$

$$E_y^{3pts} = \frac{\delta^3}{(4bh^3)\Delta F/\Delta\nu} \quad (3.21)$$

$$E_y^{4pts} = \frac{0,21\delta^3}{(4bh^3)\Delta F/\Delta\nu} \quad (3.22)$$

3.2.3.1 Influence du facteur de forme

Afin de minimiser le cisaillement, la norme *ISO 14125* [71] préconise de réaliser des essais de flexion sur des éprouvettes dont le facteur de forme (δ/h) est compris entre 16 et 24. Toutefois, pour les raisons évoquées plus haut, les essais ont été réalisés sur des éprouvettes ayant un facteur de forme de 8,6. Dans le but d'évaluer cette influence sur les propriétés en flexion 3 points par rapport à la norme, à titre d'illustration le matériau *B05_62* a été testé avec trois facteurs de forme (3,6 ; 8,6 et 16) en faisant varier la distance entre les appuis (δ) et l'épaisseur (h) comme illustré dans la figure 3.31. Les modules de flexion, contraintes et déformations maximales ont conséquemment été calculés à l'aide des relations (3.21), (3.17) et (3.19). Le tableau 3.5 liste les

valeurs moyennes et COV entre parenthèses de ces propriétés pour les trois facteurs de forme et la figure 3.32 les représente graphiquement. Dans la figure 3.32 on constate deux tendances

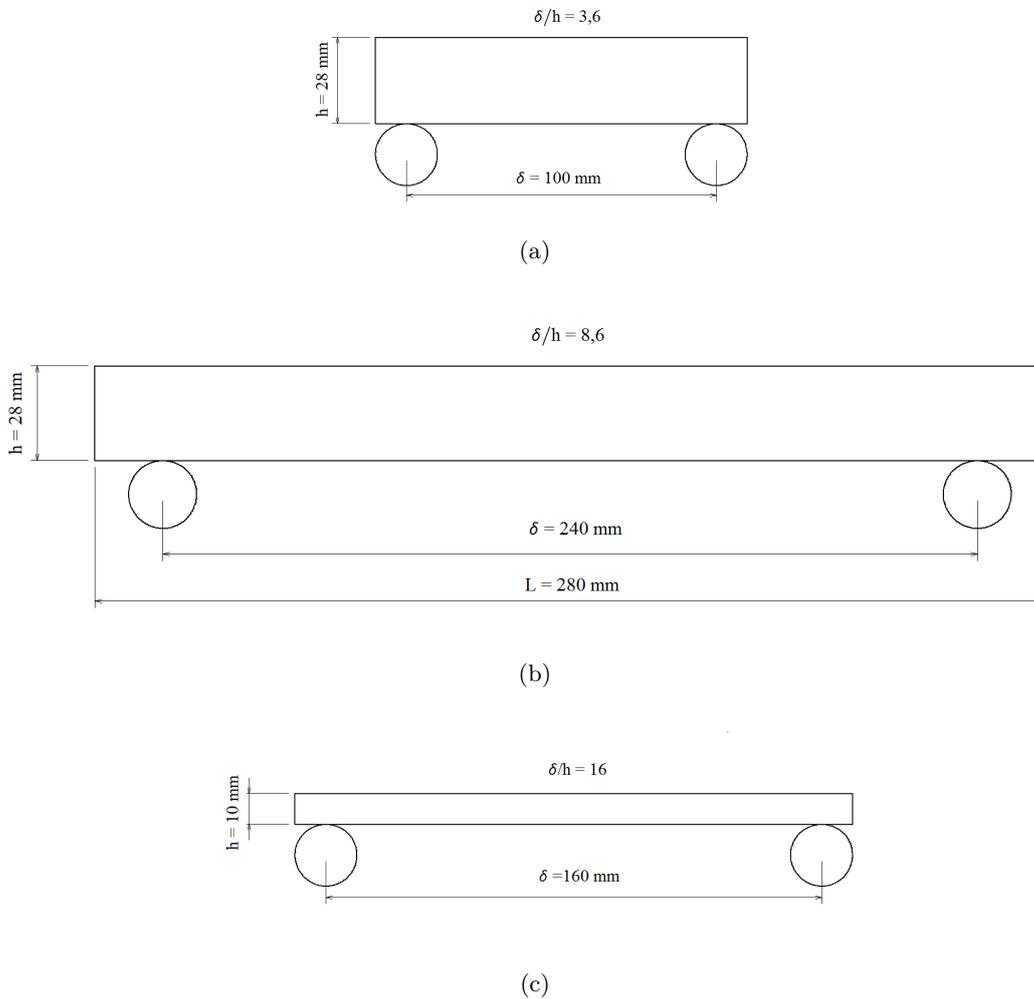


FIGURE 3.31 – Trois facteurs de forme obtenus en faisant varier l'épaisseur et la distance entre appuis inférieurs.

δ/h	3,6	8,6	16
E_y^{3pts}	135 (8%)	345 (8%)	333 (33%)
σ_y^{3pts}	3,60 (12%)	3,46 (7%)	2,56 (35%)
ϵ_y^{3pts}	4,15 (5%)	1,30 (8%)	1,02 (2%)

TABLEAU 3.5 – Propriétés de flexion 3 points du matériau *B05_62* en fonction des facteurs de forme (δ/h) 3,6 ; 8,6 et 16.

antagonistes. Les modules (E_y^{3pts}) croissent de 59% lorsque le facteur de forme est multiplié par

4,4 tandis que les contraintes maximales (σ_y^{3pts}) et les déformations à la rupture (ϵ_y^{3pts}) chutent respectivement de 29% et 75% pour les mêmes valeurs. Toutefois, ces tendances sont à dissocier car les phénomènes observés sont différents. En effet, la rigidité est évaluée à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation alors que les contraintes et déformations dépendent de phénomènes locaux [104]. Par ailleurs, on note l'influence prépondérante du facteur de forme sur la résistance à la rupture (σ_y^{3pts}). De plus, la variabilité des modules et des contraintes est beaucoup plus importante pour le facteur de forme de 16. Les essais correspondant au facteur de forme 16 étant effectués sur des éprouvettes de 10 mm d'épaisseur (figure 3.31), cette variabilité est peut être liée à la présence d'effets de bord importants compte tenu de la faible épaisseur du matériau [105]. Ainsi, ces mesures montrent que pour obtenir un facteur de forme compris entre 16 et 20 comme préconisé dans la norme [71], il vaut mieux augmenter l'épaisseur des matériaux et la distance entre appuis. Une campagne expérimentale plus étendue permettrait de déterminer le facteur de forme le plus proche des recommandations de la norme et tenant compte de l'encombrement du banc expérimental. Cependant, pour toutes ces raisons et compte tenu des exigences pour une application acoustique, évoquées au paragraphe 3.1, le facteur de forme utilisé dans cette étude a été fixé à 8,6, bien que les écarts respectifs de module et de contrainte maximale soient 3% et 26% par rapport à un facteur de 16.

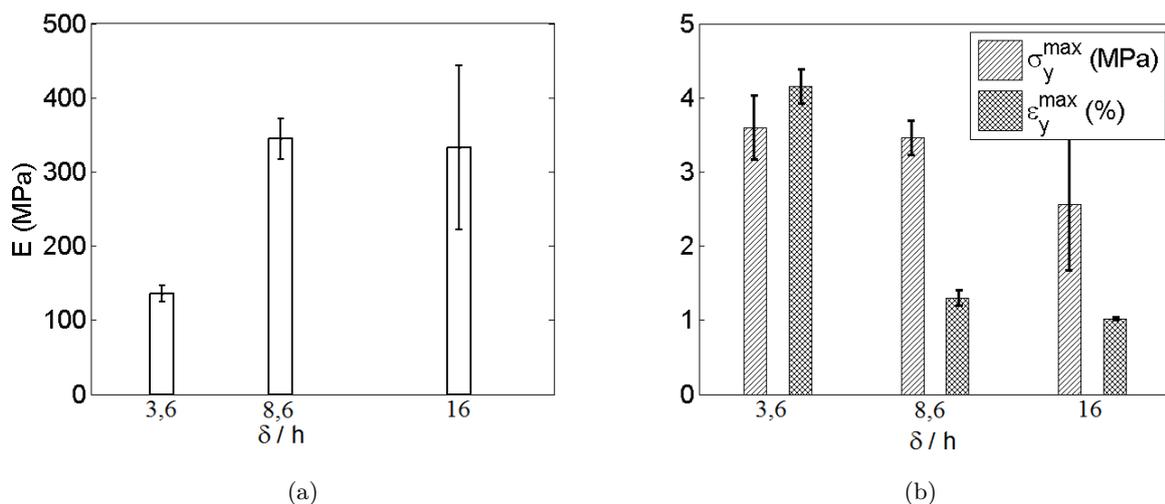


FIGURE 3.32 – Influence du facteur de forme le module (a) sur la contrainte et la déformation maximale (b) issus des essais de flexion 3 points d'une éprouvette *B05_62*.

3.2.3.2 Comportements typiques

Les courbes typiques d'évolution de l'effort en fonction du déplacement de la traverse en flexion 3 et 4 points du matériau *B1_55* sont présentées dans la figure 3.33. Les courbes montrent un accroissement linéaire jusqu'à 1,5 mm et 2 mm de déplacement respectivement dans les cas de la flexion 3 et 4 points qui peut être associé à un comportement élastique qui peut être caractérisé par des modules élastiques de flexion à l'échelle de la structure composite. Ensuite, la courbe de chargement montre une légère non-linéarité avant d'atteindre une force maximale, qui est suivie d'une baisse par palier, plus moyennée en flexion 3 points. La tenue en flexion de ces biocomposites poreux est assimilable à un comportement fragile.

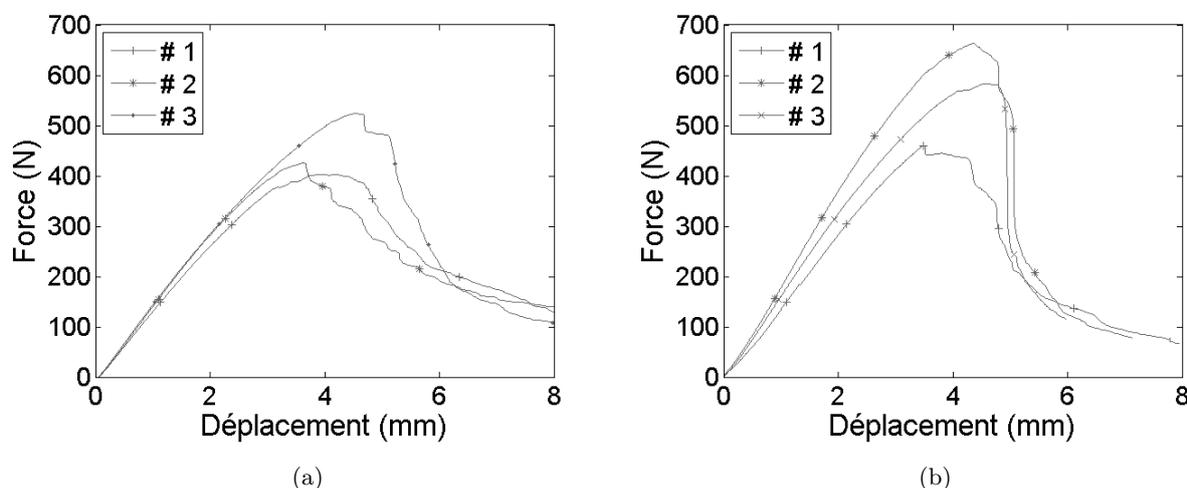


FIGURE 3.33 – Courbes typiques force/déplacement du matériau *B1_55* en flexion 3 (a) et 4 points (b).

Comme décrit en préambule, les essais de flexion ont été instrumentés d'un dispositif de corrélation d'images dans le but de mesurer les déformations locales en surface du matériau au cours du chargement. Afin de quantifier les différences entre les déformations normales théoriques (ϵ^{3pts} et ϵ^{4pts}) et expérimentales, la figure 3.34 compare, à titre d'exemple, les mesures des déformations d'une éprouvette *B1_55* des essais #2 et #3 de la figure 3.33, réalisés respectivement en flexion 3 et 4 points. Les déformations sont mesurées à 1 Hz sur l'intrados au point A et A' situé à $h/2$ et sur l'extrados au point B et B' situé à $-h/2$, à l'aide une jauge carrée de 0,8 mm de coté soit 64*64 pixels. Les données sont filtrées et lissées à une fréquence de courpure de 0,2 Hz. Les faibles dimensions des jauges permettent d'obtenir des déformations locales même si celles-ci restent inférieures au diamètre moyen de pores (tableau 3.1). Ces déformations sont comparées aux valeurs théoriques calculées à partir des relations (3.19) et (3.20).

Tout d'abord en flexion 3 points, on constate que les déformations sur l'intrados et l'extrados sont dissymétriques et n'évoluent pas de la même façon. En effet, les déformations sur l'extrados (B) croissent avec le déplacement de la traverse jusqu'à 3,8 mm puis chutent jusqu'à 4,5 mm et augmentent de nouveau au-delà de cette valeur. La courbe du modèle analytique est corrélée à la mesure expérimentale sur l'extrados autour de 1% de déformation. Au-delà de ce pic, la chute observée correspondant à l'initiation de la rupture précédant la propagation, comme montré dans la figure 3.33a. Par conséquent, il n'y a pas de localisation des déformations jusqu'à une certaine valeur de déplacement. La déformation locale est identique à celle mesurée pour un matériau homogène équivalent. A contrario, les déformations de l'intrados au point A croissent de façon monotone avec le déplacement de la traverse, tout en restant plus faibles que celles de l'extrados. Ainsi les déformations de l'extrados sont en moyenne 20% plus élevées entre 50 et 100 N sur la phase élastique. Ce constat est confirmé par l'analyse des champs de déformations et des modes de rupture discutés plus loin. Cette différence de comportement, également observée en acoustique (paragraphe 3.1.2) peut être due à un gradient de propriétés dans l'épaisseur du matériau induit par une migration de la résine vers l'extrados.

A l'inverse, en flexion 4 points, les déformations mesurées sur l'intrados (A') et l'extrados (B') augmentent conjointement et chutent à 4,8 mm de flèche, figure 3.33b. Ainsi, la partie centrale de cette éprouvette se déforme identiquement en traction et compression. Tout comme la flexion 3 points, les mesures sont corrélées dans la partie élastique aux valeurs théoriques jusqu'à environ 0,75% de déformation. Cette remarque confirme la cohérence des grandeurs macroscopiques avec les formules analytiques pour ce type de matériaux, à condition de les établir à de faibles déformations (inférieures à 1% et 0,75% respectivement en flexion 3 et 4 points). Ainsi au regard de cette analyse, on peut affirmer qu'avec une corrélation plus importante entre le modèle et les mesures, l'essai de flexion 4 points est le plus adapté pour la détermination du module tandis que la chute des déformations, plus franche en flexion 3 points, permet de mieux estimer les contraintes à la rupture.

3.2.3.3 Rigidité

Compte tenu des constats mis en évidence dans la partie 3.2.3.2, les modules (E_y^{3pts} et E_y^{4pts}) des matériaux sont calculés à partir des expressions (3.21) et (3.22) sur la partie linéaire des courbes de flexion, entre 50 et 100 N. Présentés dans le tableau 3.6, ils sont compris entre 308 et 466 MPa, soit un écart de 158 MPa (34%) en flexion 3 points et entre 266 et 413 MPa, soit un écart de 147 MPa (36%) en 4 points. D'une façon générale, les écarts de module sont

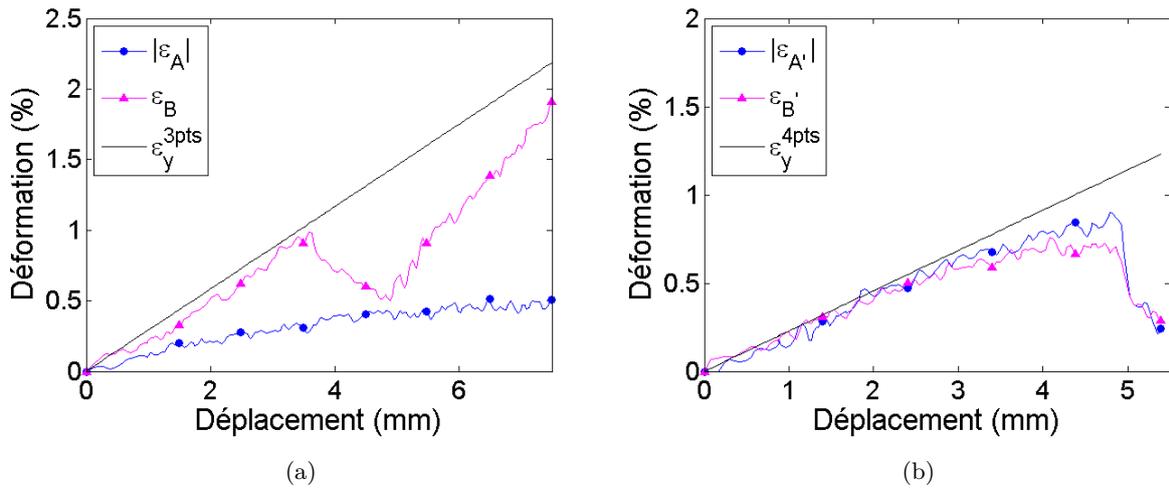


FIGURE 3.34 – Déformations théoriques calculées et mesurées par corrélation d'images au centre d'une éprouvette *B1_55* sur l'intrados et l'extrados en flexion 3 (a) et 4 points (b).

équivalents, avec des coefficients de variation inférieurs à 20% sauf pour les matériaux *B05_47* et *B05_62* les plus variables. Compte tenu de cette faible variabilité, les courbes dans la figure 3.35 représentent les valeurs moyennes et les écart-types des contraintes et des déformations mesurées sur les trois essais. On observe que les modules élastiques croissent avec la teneur en fibres avec une augmentation de 34% entre *B1_40* et *B1_70*, favorable au dernier, en flexion 3 points et de 36% en flexion 4 points.

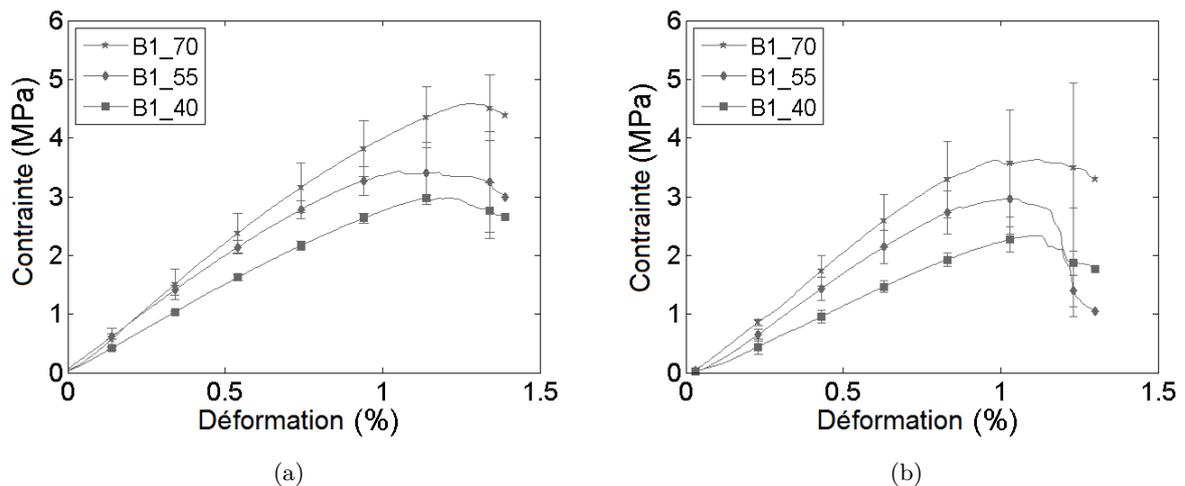


FIGURE 3.35 – Influence du taux de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en flexion 3 points (a) et 4 points (b).

Matériau	Flexion 3 points				Flexion 4 points			
	E_y^{3pts} (MPa)	σ_y^{3pts} (MPa)	$\epsilon_{y_cal}^{3pts}$ (%)	Rupture	E_y^{4pts} (MPa)	σ_y^{4pts} (MPa)	ϵ_y^{4pts} (%)	Rupture
B05_47	308 (10%)	2,87 (24%)	1,22 (18%)	Centrée	297 (35%)	2,35 (43%)	0,97 (6%)	Centrée
B05_62	348 (5%)	3,46 (7%)	1,30 (8%)		329 (26%)	2,72 (23%)	0,95 (7%)	Excentrée.
B1_40	309 (5%)	3,19 (5%)	1,34 (11%)		266 (1%)	2,47 (15%)	1,17 (11%)	Centrée
B1_55	403 (6%)	3,65 (15%)	1,26 (10%)		350 (15%)	3,04 (18%)	1,01 (13%)	Excentrée.
B1_70	466 (12%)	4,65 (13%)	1,37 (3%)		413 (3%)	3,94 (32%)	1,13 (22%)	Centrée
B2_47	342 (11%)	3,29 (10%)	1,28 (11%)		329 (13%)	2,51 (25%)	1,02 (15%)	Centrée
B2_62	395 (19%)	3,40 (19%)	1,26 (4%)		402 (6%)	3,45 (21%)	1,14 (3%)	Excentrée.

TABLEAU 3.6 – Modules, contraintes et déformations maximales obtenus à partir de essais de flexion. Description de la forme de la fissure. COV entre parenthèses.

En outre, si les rigidités moyennes croissent avec le diamètre des fibres, l'effet de ce dernier semble être moins significatif que le taux de fibres. En effet, la superposition des barres d'erreur des courbes contrainte/déformation comprises entre 0,4 et 0,8 MPa (en 3 points) et 0,27 et 0,54 MPa (en 4 points) dans la figure 3.36 confirme ce constat pour les deux types d'essais de flexion. De plus, l'utilisation des fibres B2 par rapport aux fibres B05 augmente les modules de 10% en moyenne lorsque le taux de fibres est de 47% et de 18% lorsqu'il est de 62% en flexion 4 points. Ainsi, l'effet du diamètre des fibres sur la rigidité des matériaux est plus marqué lorsque la présence de fibres est plus importante. Ces observations seront confirmées par la valeur des coefficients du polynôme réponses discutés ultérieurement dans le tableau 3.7.

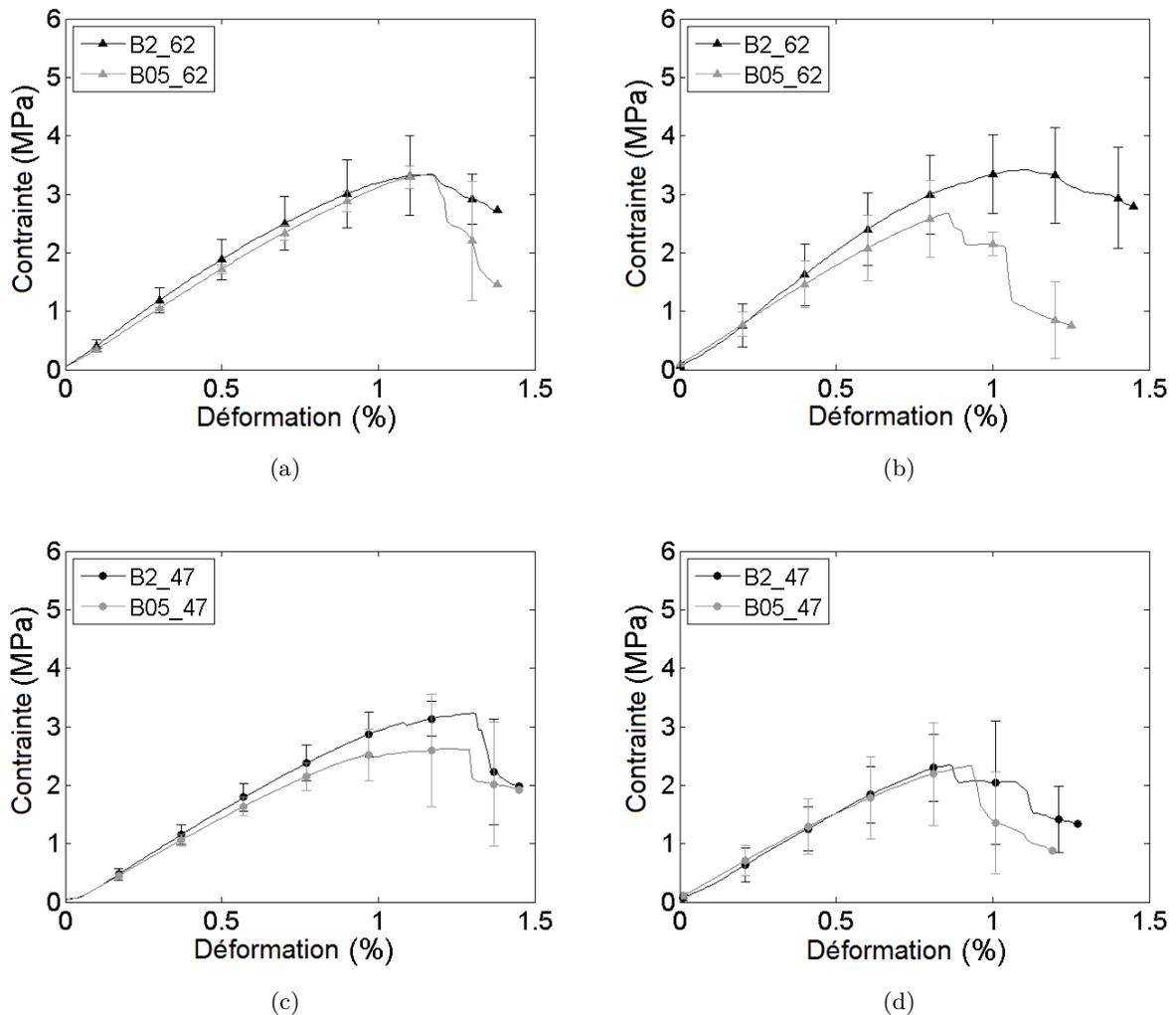


FIGURE 3.36 – Influence du diamètre de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en flexion 3 points (a et c) et en 4 points (b et d) des matériaux $B2_62$ et $B05_62$, $B2_47$ et $B05_47$.

Par ailleurs, conformément aux résultats classiques de la résistance des matériaux [106], les modules de flexion 4 points sont en moyenne 7% plus faibles que ceux obtenus en 3 points (figure 3.37). Toutefois, la variabilité en flexion 4 points est plus importante pour les matériaux réalisés à partir de fibres fines tandis qu'en flexion 3 points, elle est plus élevée pour les matériaux à fibres grossières.

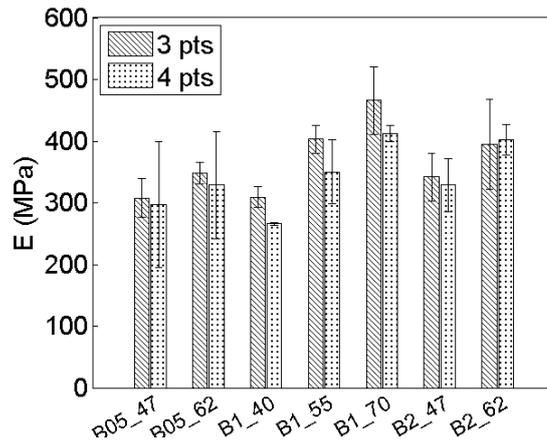


FIGURE 3.37 – Comparaison des modules élastiques des matériaux en flexion 3 et 4 points.

Comme énoncé ultérieurement, l'analyse des coefficients du polynôme (équation (2.1)) des réponses des modules de flexion 3 et 4 points (Y_1 et Y_2) prouve la prédominance de l'effet de la teneur en fibres sur leurs diamètres. En effet, dans le tableau 3.7 les coefficients b_1 , en 3 et 4 points, sont respectivement 3 et 2,2 fois plus élevés que les coefficients b_2 . Par conséquent, comme mesuré à partir des courbes contrainte/déformation, le taux de fibres est le facteur le plus influant pour la rigidité. En flexion 4 points, le terme b_{12} du même ordre de grandeur que le b_2 , indique qu'il existe un couplage important entre les deux paramètres en ce qui concerne le module.

Essais de flexion	Réponse	b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
3 points	Y_6	402,66	67,92	23,26	-15,30	-67,70	7,58
4 points	Y_7	349,73	66,55	30,29	-10,72	-10,57	24,06

TABLEAU 3.7 – Valeurs des coefficients des polynômes réponses des modules en flexion 3 et 4 points.

D'autre part, les surfaces de réponses de rigidité de flexion 3 et 4 points (figure 3.38) augmentent de façon monotone avec les deux paramètres confirmant que le composite ayant les propriétés mécaniques les plus élevées, est obtenu avec un taux massique de fibres et un dia-

mètre de fibres importants, dans le domaine étudié (tableau 2.10). Cette remarque s'oppose aux conclusions d'Arnaud et al. [66] et Le et al. [1] qui ont montré que les matériaux fabriqués à partir de fibres fines et courtes ont des propriétés mécaniques bien supérieures à ceux fabriqués à partir de fibres plus grossières. Les auteurs expliquent ce constat par un meilleur enrobage des fibres courtes par la résine. Dans cette étude, le phénomène mis en évidence peut s'expliquer par les différences de propriétés des fibres suivant leur diamètre. En effet, les grosses fibres *B2* sont manifestement issues de la peau de canne à sucre plus résistantes tandis que les fibres plus fines *B1* ou *B05* proviennent du cœur, plus mou, de la plante comme illustré dans la figure 1.2 [107]. Ainsi, le module élastique étant un paramètre global, il dépend essentiellement des propriétés de ces constituants.

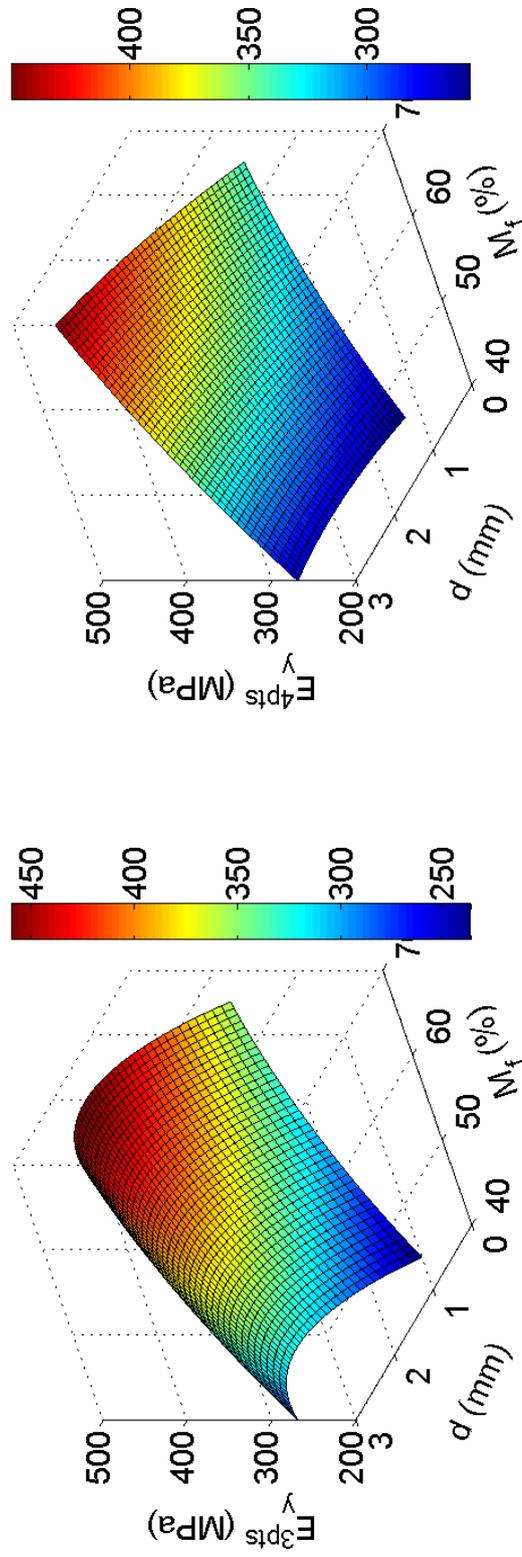


FIGURE 3.38 – Surfaces de réponses des modules de flexion en 3 points (a) et en 4 points (b) en fonction du diamètre de fibres d et de M_f .

3.2.3.4 Résistance à la flexion

La résistance à la flexion est évaluée par la contrainte maximale atteinte à la rupture. Plus cette dernière est élevée, plus le matériau est résistant. Tout comme pour les modules, (figures 3.35 et 3.36) la contrainte maximale augmente avec le taux et le diamètre de fibres. Cependant, la variabilité de la contrainte maximale en flexion (figure 3.39) est en moyenne 44% plus importante que celle du module (tableau 3.6). Cette observation souligne la dépendance des contraintes maximales aux endommagements locaux, en lien avec la microstructure. Une analyse des déformations en corrélation d'images présentée plus loin confirme cette hypothèse. Par

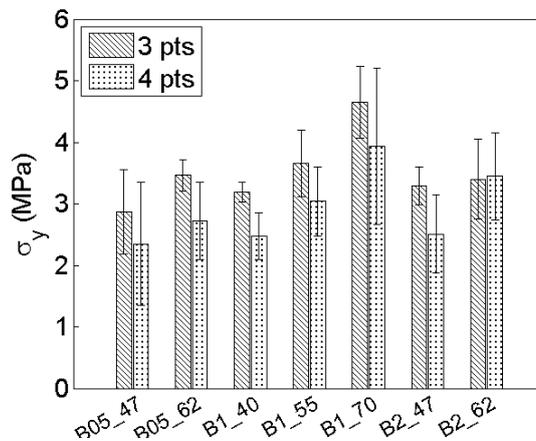


FIGURE 3.39 – Comparaison des contraintes maximales de flexion 3 et 4 points.

ailleurs dans les polynômes de réponse, les coefficients b_1 relatifs au taux de fibres respectivement 5,5 et 2,7 fois plus importants que les coefficients relatifs au diamètre de fibres b_2 (tableau 3.8) confirment, tout comme les modules, que le taux de fibres est le facteur le plus influent. En outre, les surfaces de réponses tracées dans la figure 3.40 montrent une évolution similaire de la contrainte et du module en flexion avec un maximum obtenu pour des diamètres et des taux de fibres élevés, contrairement aux résultats obtenus en compression plane.

Essais de flexion	Réponse	b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
3 points	Y_8	3,65	0,60	0,11	0,27	-0,61	-0,28
4 points	Y_9	3,04	0,71	0,26	0,17	-0,43	0,33

TABLEAU 3.8 – Valeurs des coefficients des polynômes réponses des contraintes maximales en flexion 3 et 4 points.

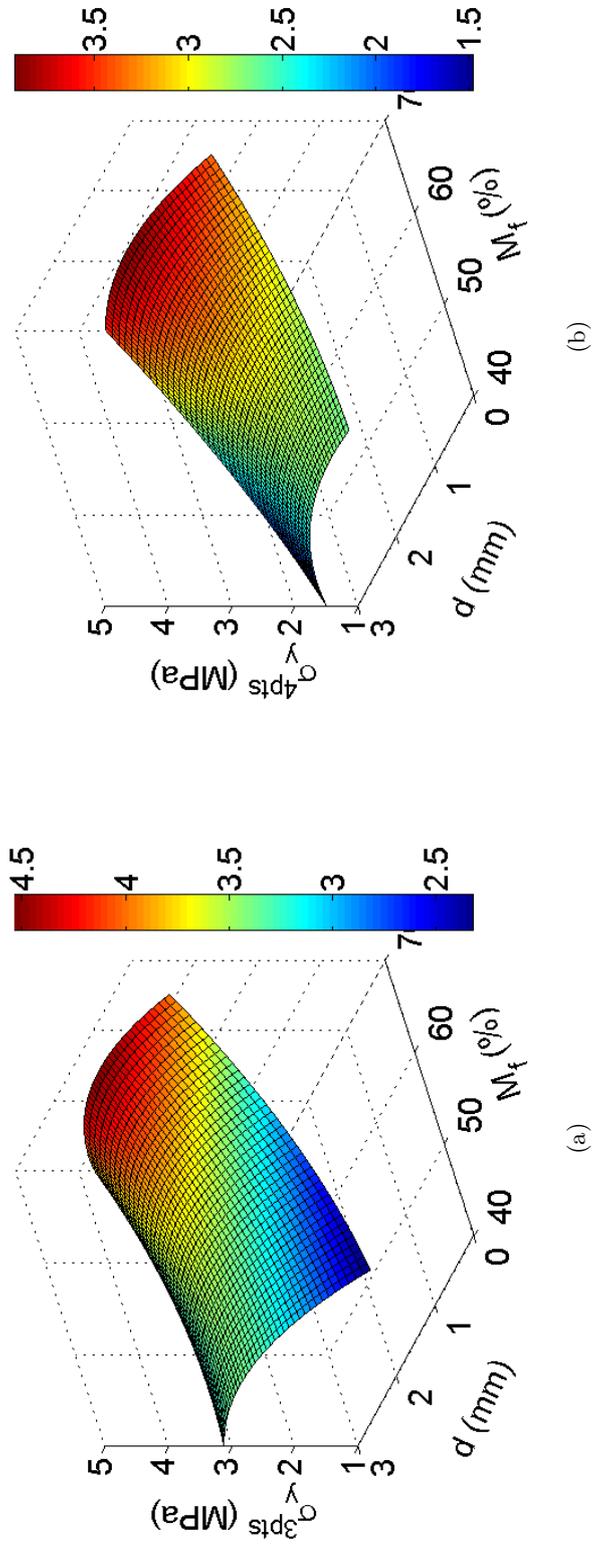


FIGURE 3.40 – Surfaces de réponses des contraintes de flexion en 3 points (a) et en 4 points (b) en fonction du diamètre de fibres d et de M_f .

3.2.3.5 Modes de rupture

Deux principaux types de propagation des fissures sont observés lors d'un essai de flexion. En flexion 3 points, quelle que soit l'éprouvette, la rupture du matériau est systématiquement initiée sur l'extrados de l'échantillon, sous l'appui central (figure 3.41a). D'autre part en flexion 4 points, en fonction du matériau, la rupture s'initie sous l'un des appuis supérieurs ou au centre de la structure. En effet, on observe que les matériaux dont les teneurs massiques en fibres sont inférieures ou égales à 47% ont une rupture entre les appuis supérieurs (au centre de l'éprouvette) (figure 3.41b). L'échantillon *B1_70* présente également ce mode de rupture. A contrario, la rupture des autres matériaux se situe sous l'un des appuis supérieurs (figure 3.41c). Ce phénomène suggère que l'initiation des fissures des échantillons *B05_47*, *B1_40*, *B1_70* et *B2_47*, dans le tableau 3.6, est due à une sur-déformation en traction. Deux types de familles de comportements à la rupture sont mis en évidence. La première famille concerne les matériaux les moins résistants qui cèdent aux contraintes de traction entre les deux appuis supérieurs, en raison d'une faible résistance à la traction. Dans cette famille, le cas particulier du matériau *B1_70* qui contenait le plus de fibres souligne le phénomène observé en compression confirmant l'existence d'un taux massique de fibres critique au-delà duquel la résistance à la traction commence à diminuer. Dans ce cas, le volume de résine n'est pas suffisant pour enrober les fibres et assurer une bonne cohésion interne de la structure. Ce résultat a déjà été observé par Le et al. [41] sur des bétons de chanvre/amidon dont les taux massiques de fibres sont compris entre 85% et 93%. La deuxième famille de matériaux a une plus grande résistance à la traction. Pour ces derniers, l'initiation de la rupture a lieu sous l'un des supports supérieurs, en raison de l'étirement possible des pores sous des effets potentiels combinés de cisaillement et de traction.

3.2.3.6 Analyse des champs de déformation par corrélation d'images

Afin d'identifier les phénomènes ayant conduit à la ruine des matériaux, une analyse des déformations par corrélation d'images a été réalisée sur des essais de flexion 3 et 4 points. La zone d'intérêt est une surface de 125 mm de long et 28 mm de hauteur. Cette zone couvre les deux appuis supérieurs en flexion 4 points. Dans ce paragraphe, les champs des déformations, les mesures des déformations dans l'épaisseur des éprouvettes effectuées à une flèche fixe et la déformation maximale atteinte juste avant la rupture seront présentés pour des essais de flexion 3 et 4 points.

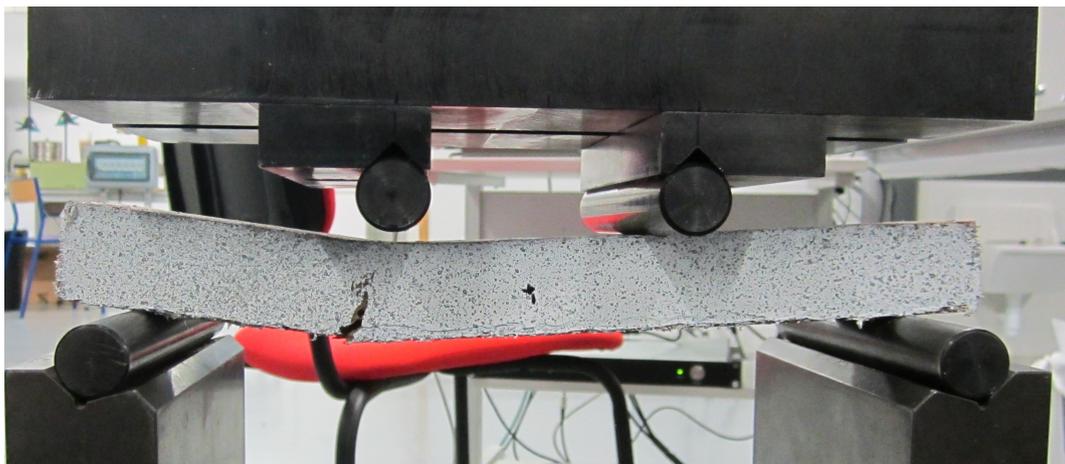
Tout d'abord, la figure 3.42 présente les champs de déformation normale et en cisaillement



(a)



(b)



(c)

FIGURE 3.41 – Trois modes de rupture typiques en flexion : initiation sur l'extrados des éprouvettes et propagation centrale en flexion 3 (a) et 4 points (b) et excentrée (c) sur les éprouvettes *B05_47*, *B1_40* et *B05_62*.

d'une éprouvette *B1_40* à une flèche de 2,5 mm en flexion 3 points. On constate que les déformations de cisaillement comprises entre -0,004% et 0,004%, sont 250 fois plus faibles que les déformations normales comprises entre -1% et 1%. De ce fait, elles sont donc considérées comme négligeables. Le même constat est fait en flexion 4 points. Par conséquent, seules les déformations normales sont prises en compte dans l'analyse des mécanismes de rupture. Les figures

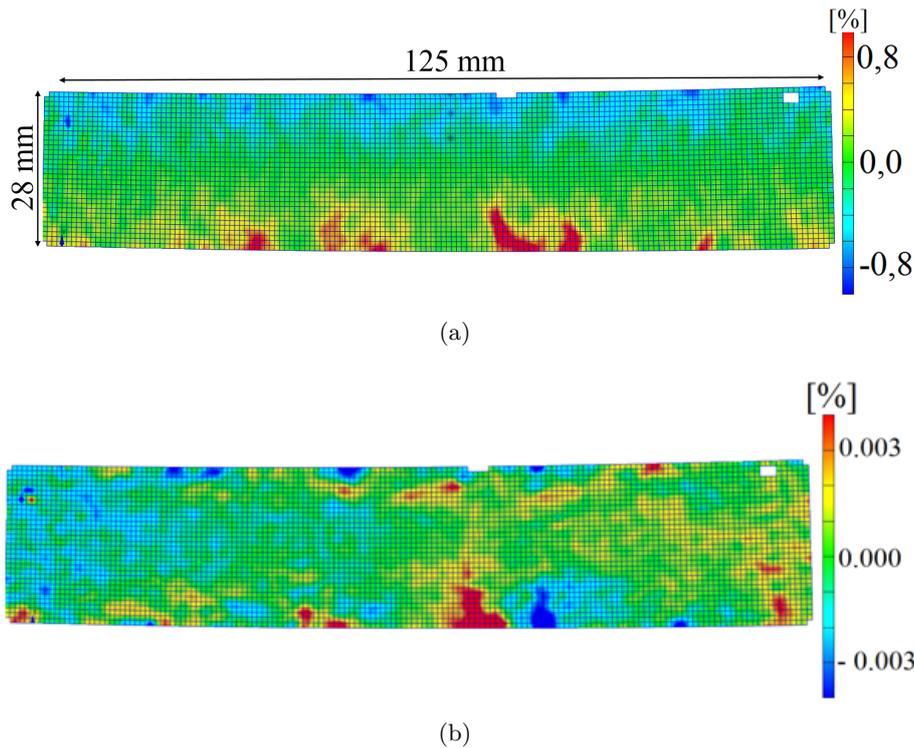


FIGURE 3.42 – Déformations normale ($\epsilon_{y_mes}^{3pts}$) (a) et en cisaillement (γ_{yz}^{3pts}) (b) d'une éprouvette *B1_40* pour une flèche de 2,5 mm en flexion 3 points.

3.43 et 3.44 répertorient les champs de déformation normales typiques des sept matériaux à une contrainte fixée à 1 MPa de flexion 3 et 4 points respectivement. Indépendamment de la classe des fibres, les déformations normales semblent très hétérogènes surtout près des intrados et des extrados des éprouvettes. Des phénomènes de localisation des déformations sont observés sur l'extrados des éprouvettes. Pour la même classe de fibres et à une contrainte fixée, les localisations des déformations de traction (pixels rouges) diminuent avec le taux de massique de fibres. Cette observation est encore plus notable en flexion 4 points (figure 3.44). Cela implique qu'une augmentation du taux massique de fibres limite les effets de localisation de la déformation et contribue à homogénéiser la structure composite. Pour les faibles teneurs en fibres, la localisation des défauts plus importante, favorise l'initiation de la rupture plus rapidement et conduit à une faible résistance du matériau. A titre d'exemple, les contraintes maximales de *B1_40* sont 31%

et 37% plus faibles que celles de *B1_70* respectivement en flexion 3 et 4 points (tableau 3.6). Enfin, les champs de déformations sont similaires lorsque le diamètre des fibres change pour la même teneur en fibres. Ces résultats confirment que la rigidité, les contraintes à la rupture et les mécanismes d'endommagement de ces matériaux poreux sollicités en flexion sont principalement contrôlés par la teneur en fibres.

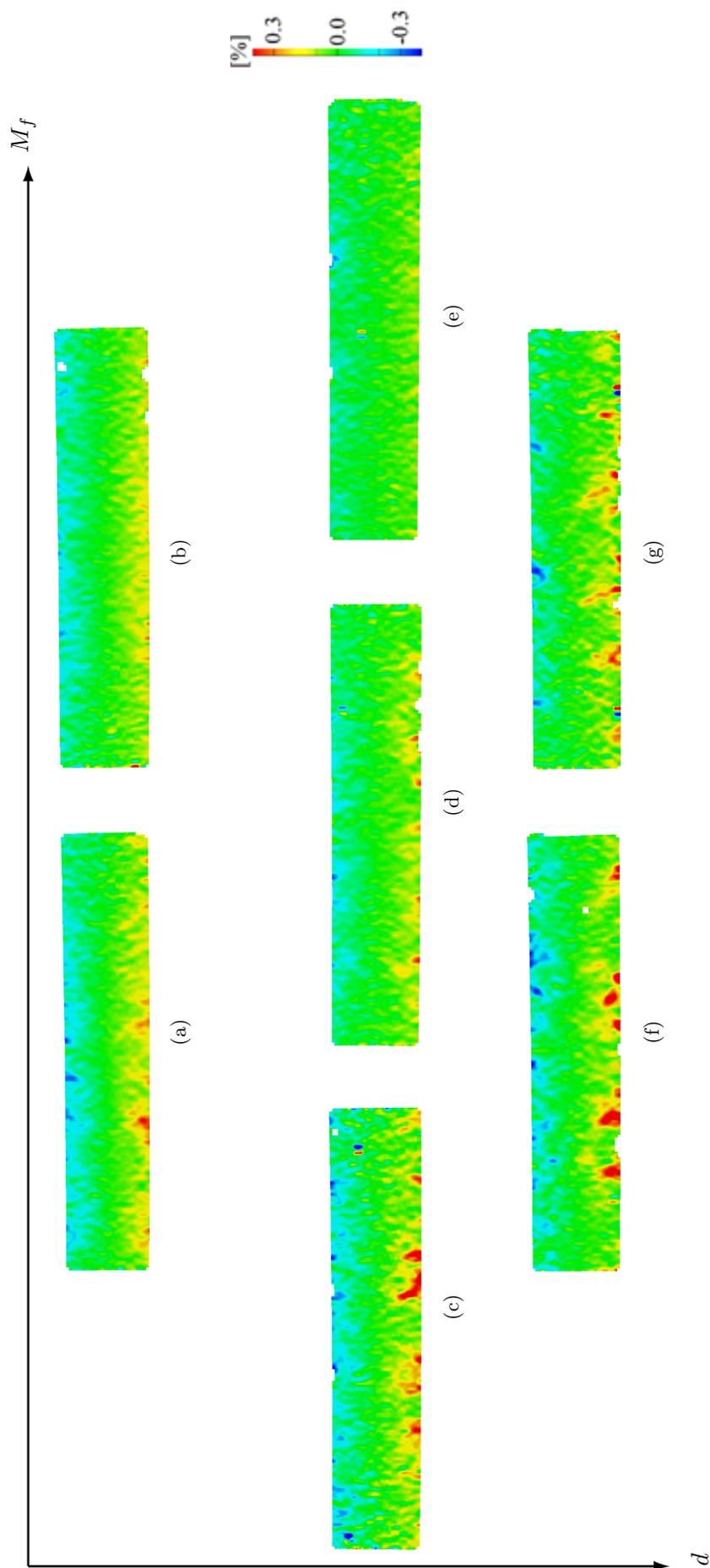


FIGURE 3.43 – Champs de déformation normale en flexion 3 points à 1 MPa des composites B05_47 (a), B05_62 (b), B1_40 (c), B1_45 (d), B1_70 (e), B2_47 (f) et B2_62 (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres

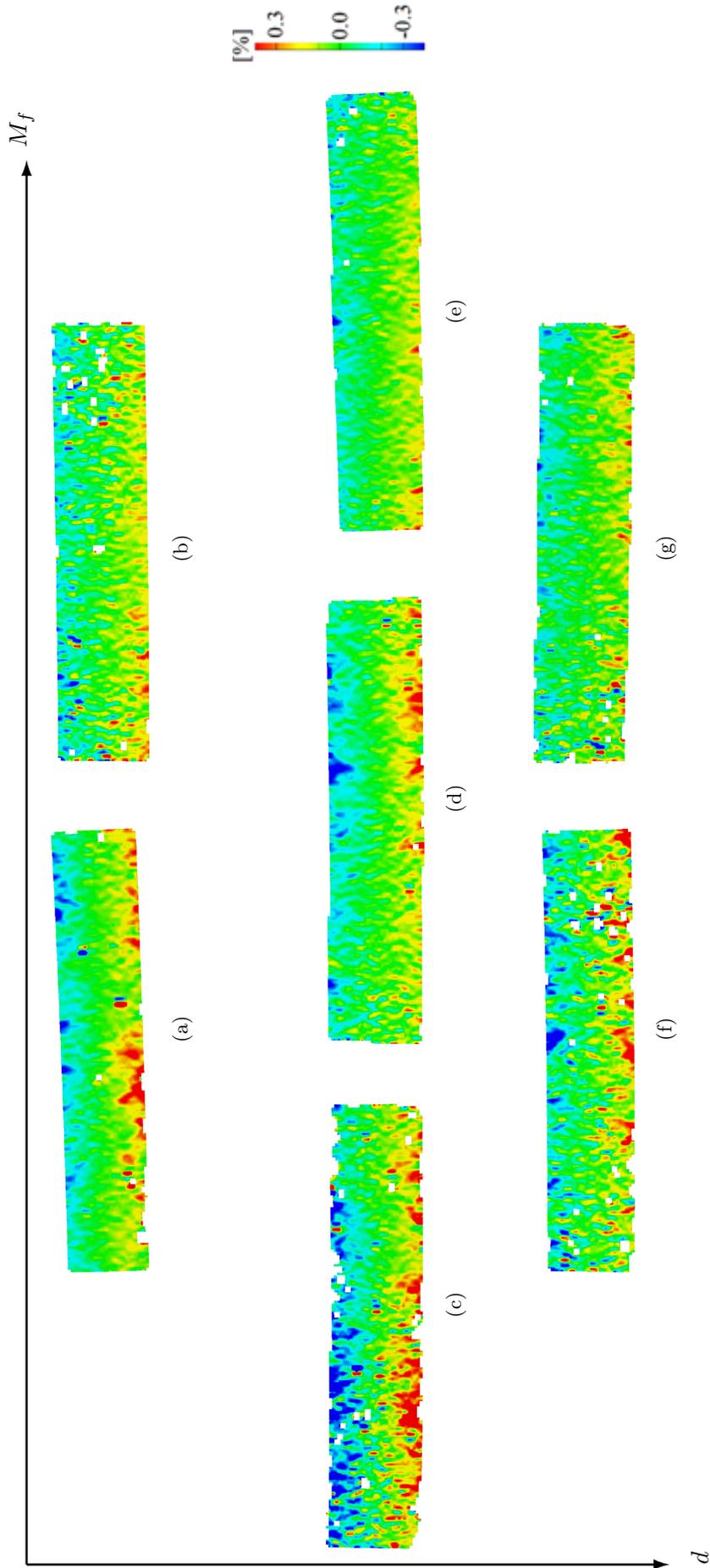


FIGURE 3.44 – Champs de déformation normale en flexion 4 points à 1 MPa des composites B05_47 (a), B05_62 (b), B1_40 (c), B1_45 (d), B1_70 (e), B2_47 (f) et B2_62 (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres

Dans la zone élastique des courbes contrainte/déformation (figures 3.35 et 3.36) et à une contrainte de 1 MPa, les déformations normales $\epsilon_{y_mes}^{3pts}$ ont été déterminées dans l'épaisseur de l'éprouvette sous l'appui central, en flexion 3 points. Les mesures sont réalisées avec des jauges numériques carrées de 0,8 mm de côté soit 64*64 pixels. La figure 3.45 présente les valeurs expérimentales obtenues à partir des sept matériaux en fonction de l'épaisseur normalisée (z/h). Les valeurs des déformations normales négatives lorsque $z/h > 0$ et positives lorsque $z/h < 0$ correspondent respectivement aux zones de compression et de traction. On constate que les déformations comprises entre -0,5% et 0,5%, sauf pour l'essai 2 du B05_47 et l'essai 1 du B2_62, sont relativement faibles comme illustré sur les profils des champs de déformation dans la figure 3.43. En outre, toujours en lien avec ces derniers, les déformations proches des bords ($-0,5 < z/h < -0,4$ et $0,4 < z/h < 0,5$) sont plus importantes que celles au centre de l'éprouvette. Ainsi, du fait des phénomènes de localisations des déformations sur l'intrados et l'extrados des éprouvettes, les déformations normales semblent être réparties dans leur épaisseur selon un effet de cœur/peaux. De plus, les déformations expérimentales sont comparées aux valeurs théoriques données par l'expression (3.23) établie pour des matériaux homogènes, dans laquelle z , δ et ν représentent respectivement la côte dans l'épaisseur, la distance entre appuis inférieurs et la flèche moyenne fixée à 1 mm, correspondant à une contrainte de 1 MPa.

$$\epsilon_y^{3pts}(z) = \frac{12z\nu}{\delta^2} \quad (3.23)$$

A 1 MPa et bien qu'elles soient dans le domaine élastique, les déformations mesurées sont très dispersées et ne présentent pas de tendance linéaire. Afin de vérifier l'existence d'un comportement linéaire, les déformations normales ont été mesurées dans une zone de non-linéarité, à une contrainte moyenne de 3 MPa, soit pour une flèche de 3 mm. Les résultats des essais de flexion 3 et 4 points sont présentés respectivement dans les figures 3.46 et 3.47. Ces mesures sont également comparées aux valeurs théoriques données par les expressions (3.23) en 3 points et (3.24) en 4 points, dans laquelle z , δ , a et ν représentent respectivement la côte dans l'épaisseur, la distance entre appuis inférieurs et supérieurs et la flèche moyenne fixée à 1 mm.

$$\epsilon_y^{4pts}(z) = \frac{24z\nu}{4a^2 - 3\delta^2} \quad (3.24)$$

En flexion 3 points, l'évolution des déformations comprises entre -1 et 1,8% est peu influencée par le taux et le diamètre de fibres. En effet, quel que soit le matériau, on observe une évolution similaire des déformations normales. Par ailleurs, l'évolution des déformations normales selon un effet cœur/peaux se confirme. A ce niveau de contrainte, cet effet est également lié à la non-linéarité du matériau observé dans les figures 3.35 et 3.36. Toutefois, comme noté dans la

figure 3.34 les déformations normales sont asymétriques. A la même cote z dans l'épaisseur, les déformations de traction sont plus importantes qu'en compression. Cette observation confirme que l'initiation de la rupture a toujours lieu sur les extrados des éprouvettes, soumis à un effort de traction (figure 3.41).

Par ailleurs, on constate que l'hétérogénéité des déformations normales vers les bords supérieurs et inférieurs des éprouvettes, visibles dans les figures 3.43 et 3.44 traduit une variabilité importante entre les trois essais lorsque $z/h > 0,1$ ou $z/h < -0,1$. Cette variabilité diminue avec le taux de fibres. A titre d'exemple, pour $z/h = -0,30$ le coefficient de variation de l'éprouvette *B05_47* est de 33% contre 8% pour *B05_62* à la même position. Ce dernier résultat confirme que l'augmentation de la teneur en fibres tend à homogénéiser les matériaux. A contrario, au voisinage du plan neutre ($z/h = 0$), où les déformations sont nulles, pour z/h appartenant à l'intervalle $[-0,17; 0,17]$, soit entre -5 et 5 mm les résultats montrent comme le modèle, que $\epsilon_{y_mes}^{3pts}$ évolue linéairement pour les sept matériaux, sauf pour *B2_62*. Cependant, les déformations mesurées sont toujours plus faibles que celles prédites par le modèle.

En effet, le tableau 3.9 présente l'écart de pente en pourcentage entre le modèle analytique et les déformations mesurées sur ce même intervalle. Avec une différence moyenne de 37%, le matériau *B05_47* est celui dont les déformations normales dans l'épaisseur sont les plus proches de celles d'une poutre homogène fléchie dans les mêmes conditions. L'approximation des déformations des autres matériaux, sauf pour *B1_55*, reste acceptable avec une différence de pente inférieure à 50%. Toutefois, il faut noter la variabilité importante des essais, comprise entre 12 et 47 %. Elle peut s'expliquer par la faible taille de la jauge numérique, de 0,8 mm de côté, comparée à la taille des pores compris entre 0,79 et 3,29 mm (tableau 3.1). En effet, en plaçant ces jauges sur la tranche de l'éprouvette, la déformation d'un pore est susceptible d'être intégrée dans la mesure. Les pores étant des discontinuités de la matière qui ne se déforment pas, les déformations obtenues sont très faibles et ne traduisent pas la sollicitation du matériau. Ce phénomène induit de la variabilité dans les mesures de déformation. Par contre, les mesures de déformations normales en flexion 4 points dans l'épaisseur sont trop dispersées pour observer des phénomènes significatifs.

Afin de vérifier l'évolution des déformations normales dans l'épaisseur d'une poutre homogène, un modèle par éléments finis (EF) a été réalisé à l'aide du logiciel Abaqus ©. Une poutre d'épaisseur de 28 mm est sollicitée en flexion 3 et 4 points dans les mêmes configurations que les essais expérimentaux. Le maillage régulier d'éléments hexaèdres linéaires de 4 mm de côté a été appliqué et les appuis inférieurs sont modélisés par des éléments parfaitement rigides encastres.

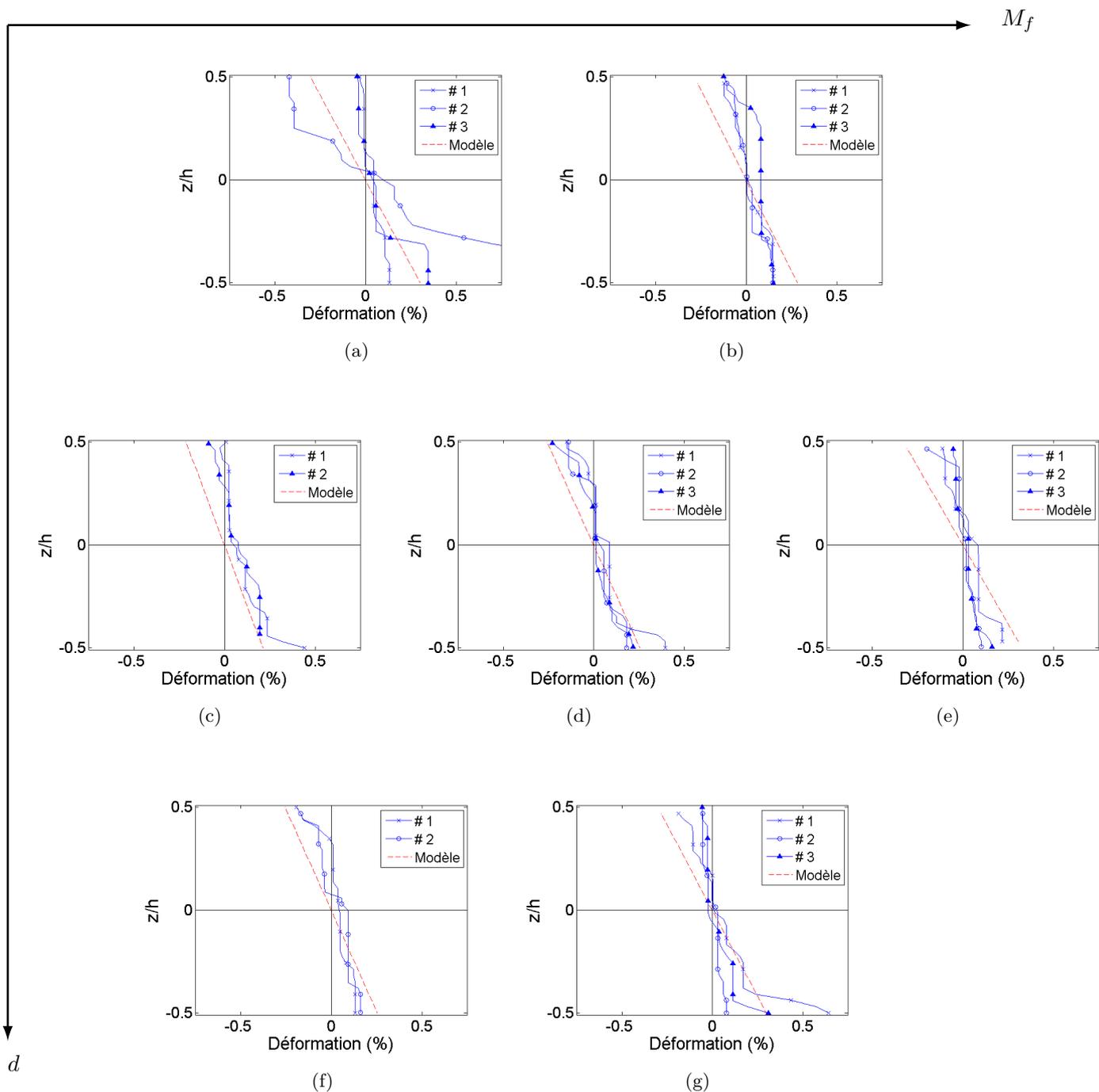


FIGURE 3.45 – Évolution des déformations normales dans l'épaisseur des matériaux *B05_47* (a), *B05_62* (b), *B1_40* (c), *B1_55* (d), *B1_70* (e), *B2_47* (f) et *B2_62* (g) à une contrainte moyenne de 1 MPa en flexion 3 points, superposée avec le modèle analytique correspondant.

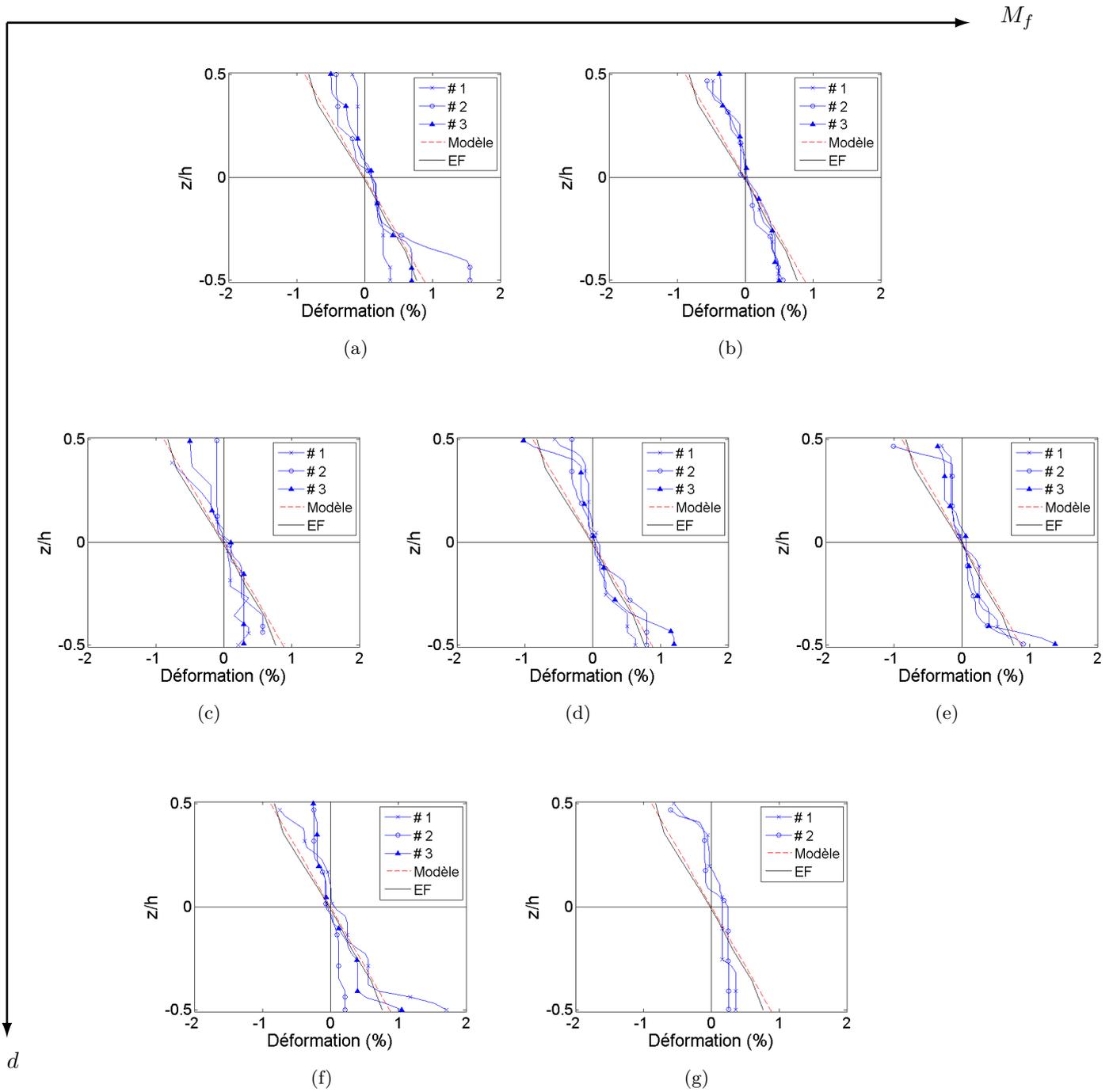


FIGURE 3.46 – Évolution des déformations normales dans l'épaisseur des matériaux *B05_47* (a), *B05_62* (b), *B1_40* (c), *B1_55* (d), *B1_70* (e), *B2_47* (f) et *B2_62* (g) à une contrainte moyenne de 3 MPa en flexion 3 points, superposée avec les modèles analytique et par éléments finis correspondant.

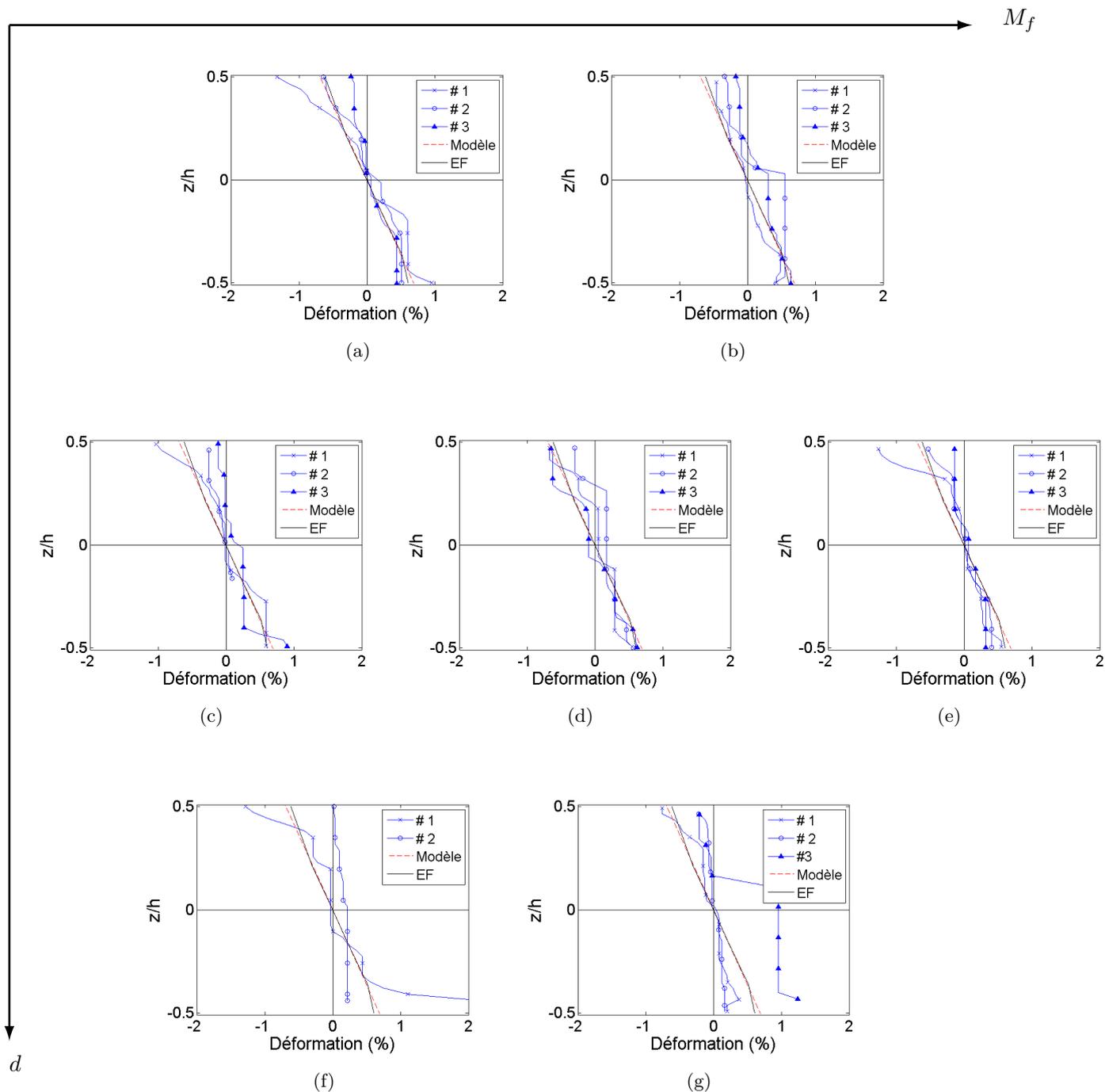


FIGURE 3.47 – Évolution des déformations normales dans l'épaisseur des matériaux *B05_47* (a), *B05_62* (b), *B1_40* (c), *B1_55* (d), *B1_70* (e), *B2_47* (f) et *B2_62* (g) à une contrainte moyenne de 3 MPa en flexion 4 points, superposée avec les modèles analytique et par éléments finis correspondant.

Matériau	B05_47	B05_62	B1_40	B1_55	B1_70	B2_47	B2_62
ϵ_{cart}^{3pts} (%)	37 (32)	43 (23)	40 (12)	52 (16)	42 (47)	41 (34)	46

TABLEAU 3.9 – Différences des pentes en pourcentage entre le modèle analytique et les déformations mesurées dans l'épaisseur des éprouvettes fléchies en 3 points à 3 MPa, sur l'intervalle $-0,17 < z/h < 0,17$. COV entre parenthèses.

L'appui supérieur de flexion 3 points subit un déplacement imposé suivant z et est bloqué dans les autres directions. Les mêmes conditions limites sont appliquées aux appuis de flexion 4 points. Le modèle est élastique. Les valeurs obtenues à partir du modèle EF sont tracées dans les figures 3.46 et 3.47 et sont comparées aux valeurs de déformations mesurées. Le modèle EF montre une évolution linéaire des déformations normales et une corrélation avec les mesures expérimentales lorsque z/h appartient $[-0,17; 0,17]$. En dehors de cet intervalle, les différences entre le modèle et les mesures notamment sur les bords des éprouvettes, pourraient être attribuées à l'hétérogénéité du matériau.

Par ailleurs, les simulations par éléments finis présentées dans les figures 3.48 et 3.49 confirment une concentration des déformations normales au centre de l'éprouvette. De plus, les déformations annoncées par le modèle EF sont symétriques par rapport à l'axe y . Expérimentalement, les champs de déformation obtenus à une flèche identique de 3 mm pour le matériau B1_45 (figures 3.50 et 3.51), ne présentent pas le même profil que celui donné par les modèles. En plus, ils présentent des localisations ponctuelles et aléatoires de la déformation sur l'intrados et l'extrados des éprouvettes. L'absence de pixels visibles sur les champs de déformation est due à un décollement de peinture au cours de l'essai. Dans les deux cas de flexion, le modèle confirme les sollicitations en traction/compression mais sous-estime le maximum des déformations locales de 35% et de 39% respectivement de flexion 3 et 4 points. Ces observations soulignent l'hétérogénéité de la structure étudiée.

Afin de caractériser les mécanismes de rupture des matériaux, les déformations normales, locales correspondant à la force maximale ont été mesurées à partir de la corrélation d'images. La méthode consiste à placer une jauge numérique de 4,8 mm de long et de 1,6 mm de large (soit 384×128 pixels) sur la zone d'initiation de la rupture et à relever la déformation locales ($\epsilon_{y_locale_mes}^{3pts}$) correspondant à la force maximale. Les essais répétés sont analysés et le coefficient K_{Def} définit comme le rapport entre la déformation locale mesurée et la déformation théorique (ϵ_y^{3pts}) a été calculé. Ces mesures n'ont pas pu être effectuées en flexion 4 points car, dans

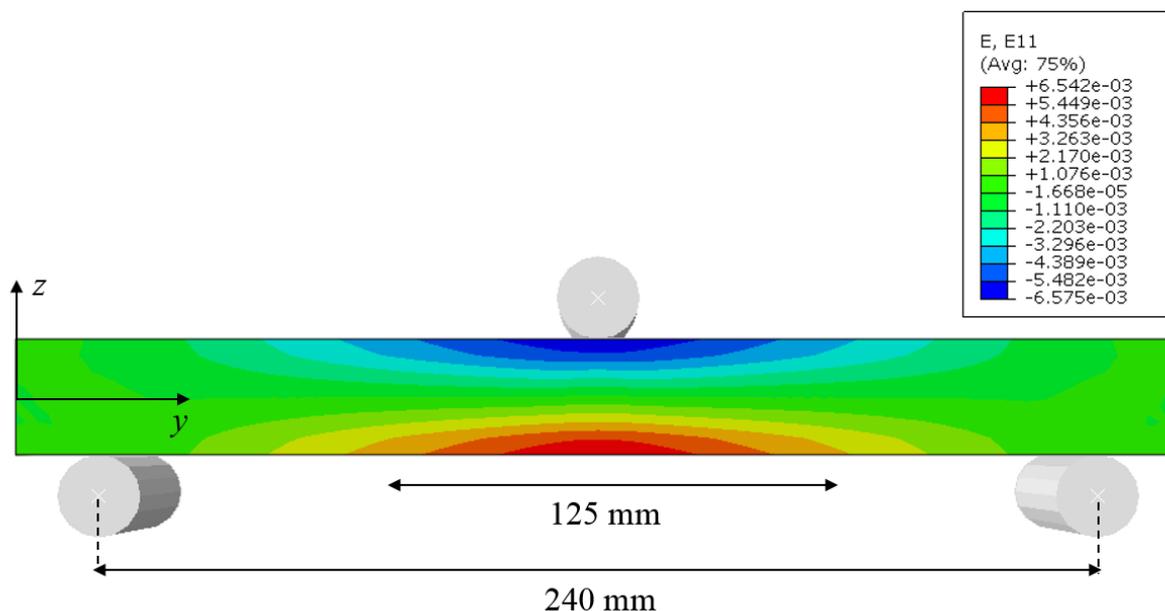


FIGURE 3.48 – Déformations normales estimées par un modèle éléments finis à une flèche de 3 mm en flexion 3 points.

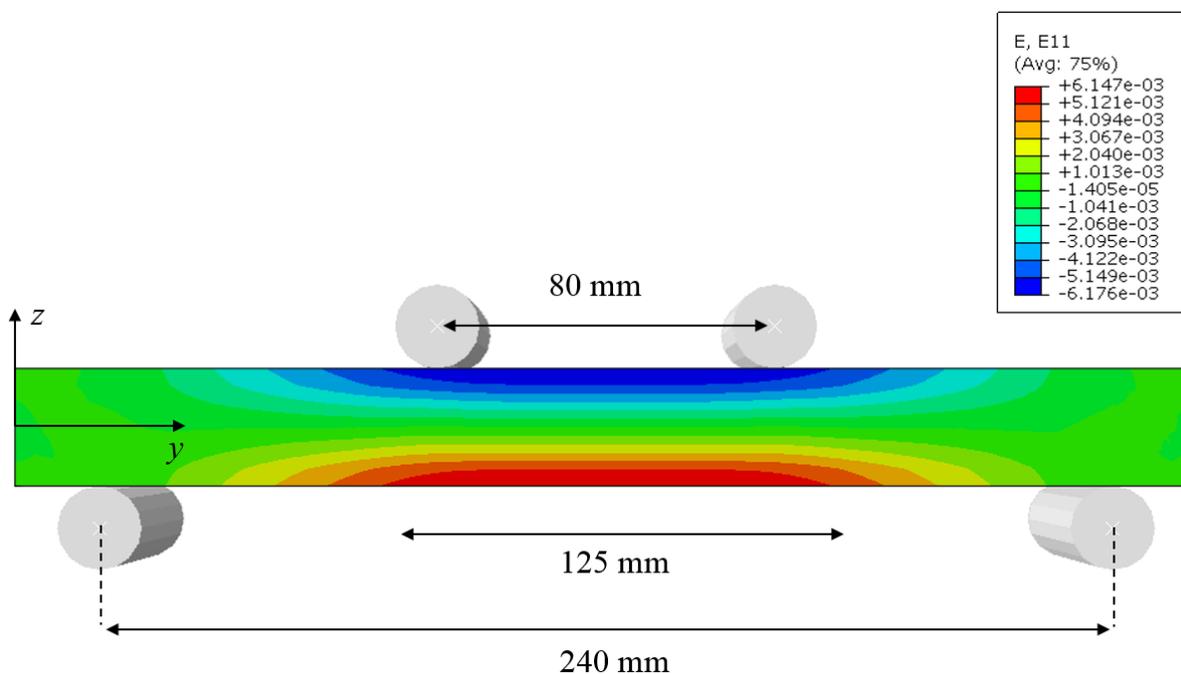


FIGURE 3.49 – Déformations normales estimées par un modèle éléments finis à une flèche de 3 mm en flexion 4 points.

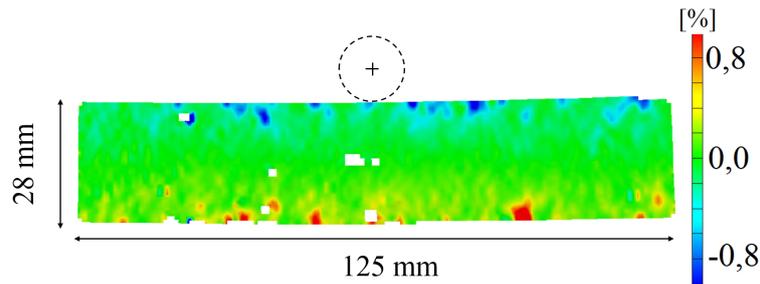


FIGURE 3.50 – Cartographie des déformations normales expérimentales du matériau $B1_{45}$ à une flèche de 3 mm en flexion 3 points.

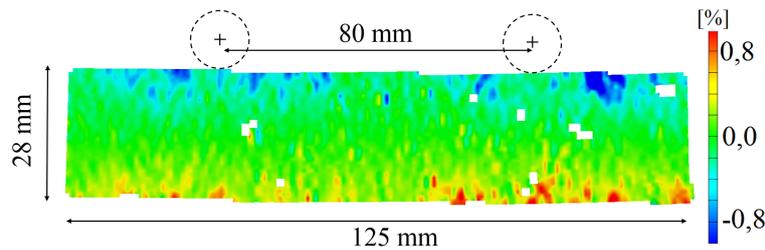


FIGURE 3.51 – Cartographie des déformations normales expérimentales du matériau $B1_{45}$ à une flèche de 3 mm en flexion 4 points.

plusieurs cas, la rupture s'initiait en dehors du champ des caméras. Le tableau 3.10 et la figure 3.52 résument les valeurs obtenues.

Matériau	ϵ_y^{3pts} (%)	$\epsilon_y^{3pts_{locale_mes}}$ (%)	K_{Def}
$B05_{47}$	1,22 (18%)	2,3 (60%)	1,88
$B05_{62}$	1,30 (8%)	5,4 (81%)	4,15
$B1_{40}$	1,34 (11%)	7,8 (68%)	5,82
$B1_{55}$	1,26 (10%)	8,5 (62%)	6,74
$B1_{70}$	1,37 (3%)	2,3 (25%)	1,67
$B2_{47}$	1,28 (11%)	11,3 (100%)	8,82
$B2_{62}$	1,26 (4%)	7,0 (100%)	5,56

TABEAU 3.10 – Déformations maximales moyennes calculées et localisées dans la zone d'initiation de la rupture en flexion 3 points. COV entre parenthèses.

D'une façon générale, les valeurs de déformations locales sont très dispersées. La variabilité des mesures croît avec le diamètre des fibres jusqu'à atteindre 100% pour les matériaux à fibres grossières ($B2$). Pour cette raison, les valeurs moyennes des déformations de ces matériaux ne sont pas exploitables. Ce phénomène peut être dû à l'augmentation du diamètre moyen des pores

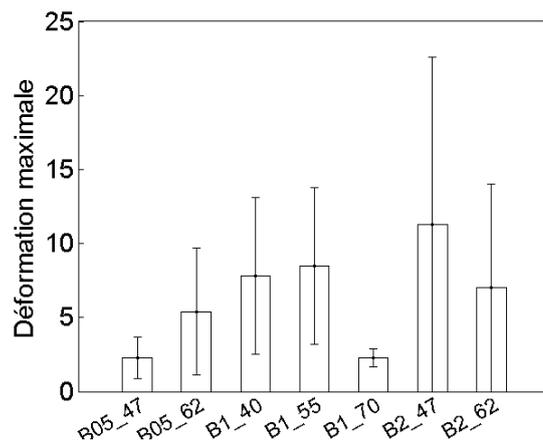


FIGURE 3.52 – Déformations normales maximales mesurées, par corrélation d’images, localement dans la zone d’initiation de la rupture en flexion 3 points.

(tableau 3.1) qui rendrait aléatoire la valeur de déformation locale. A contrario, avec un COV de 25% les déformations du matériau *B1_70* sont les moins variables et le ratio des déformations mesurées/calculés est le plus faible. Ces observations corroborent l’hypothèse faite par l’analyse des champs de déformations selon laquelle une augmentation de la teneur en fibres baisse l’hétérogénéité de la structure. Par ailleurs, le matériau *B1_70* dont le taux massique de résine est le plus faible a la déformation moyenne la plus faible. A la lumière des travaux de Merotte et al. [60] qui ont montré que la rupture d’une structure poreuse à 60% se fait par destruction du point de liant entre les fibres, on peut conclure qu’un faible taux de résine réduit la présence de point de colle et par conséquent diminue localement la résistance du matériau. Ainsi, l’observation confirme les chutes de propriétés observées en compression. On note cependant, dans le cas des matériaux à fibres fines (0,5 mm), que les déformations maximales moyennes augmentent de 57% quand la teneur en fibres augmente de 47% à 62%. Cette observation n’est pas significative en raison de la variabilité importante des mesure de 60% et 81%. Conséquentement, aucune corrélation ne peut être faite entre les contraintes maximales traduisant une résistance à la flexion et les déformations maximales locales. Toutefois, indépendamment des variabilités, les déformations locales sont toujours supérieures aux déformations calculées à l’échelle de la structure du matériau. Ne tenir compte que de la valeur théorique des déformations sous-estimerait les propriétés.

3.3 Conclusion

Dans ce chapitre, les matériaux étudiés ont été caractérisés par des essais acoustiques, de compression et de flexion. L'analyse acoustique a montré que l'absorption, caractérisée au moyen d'un tube à impédance, augmente avec le diamètre des fibres, tout en diminuant avec leur proportion massique, sur plage de fréquences comprise entre 50 Hz et 1500 Hz. Deux types de comportement ont été mis en évidence. Quatre des matériaux de l'étude présentaient un pic d'absorption situé entre 350 et 1000 Hz tandis que celui des autres matériaux est effacé.

D'autre part, les essais de compression dans le plan ont révélé la forte capacité des matériaux à se déformer (jusqu'à 90% de leur épaisseur initiale) sans rupture visible tandis qu'en compression perpendiculairement à la direction de fabrication, sont observées des ruptures associées au flambement des fibres. En outre, les modules en compression plane de l'ordre de 40 MPa, sont faibles comparés à ceux obtenus en compression hors plan autour de 93 MPa. En ce qui concerne la compression plane, le maximum de rigidité est obtenu pour de faibles diamètres et un taux massique de fibres autour de 55% alors qu'en compression hors plan, il est atteint pour des matériaux à fibres grossières avec une forte teneur en fibres. L'analyse des déformations par stéréo-corrélation d'images a mis en relief la présence de localisations des déformations importantes dans les deux sens de compression. Par ailleurs, ces essais ont également permis de quantifier le degré d'anisotropie induit par le procédé de fabrication de l'ordre de 2,5.

Sollicités en flexion, les matériaux possèdent des modules compris entre 266 et 466 MPa et des contraintes maximales de 2,35 MPa à 4,65 MPa. Ces propriétés augmentent avec le diamètre et le taux de fibres, ce dernier ayant l'influence la plus importante. En outre, l'analyse par corrélation d'images a mis en évidence des champs de déformations normales non-linéaires et dissymétriques selon un effet cœur/peaux. En effet, les déformations de traction sont plus importantes que celles observées en compression. Ce constat permet d'expliquer l'initiation des fissures systématiquement sur l'extrados de l'éprouvette, soumis à la traction. En flexion 4 points et concernant les modes de ruptures, deux familles de matériaux ont été identifiées. Les matériaux, dont la résistance à la traction est faible, cassent entre les appuis supérieurs tandis que les autres cassent en dehors de cette zone. Par ailleurs, d'après les observations faites des profils de déformation, une augmentation du taux de fibres diminue les phénomènes de localisation des déformations et tend à rendre plus homogène le composite.

Le chapitre suivant fera la synthèse des résultats mécaniques et acoustiques. Il présentera une méthodologie dans le choix d'application pour ce type de matériaux et donnera quelques

règles de conception.

Chapitre 4

Applications

Dans le chapitre précédent, les propriétés mécaniques et acoustiques des matériaux poreux bagasse/époxy ont été caractérisés. Les résultats ont permis d'obtenir des relations entre ces propriétés et les constituants (taux massique et taille des fibres de bagasse). L'évolution des déformations sur les bords libres a été discutée et analysée grâce à la corrélation d'images. L'objectif de cet ultime chapitre est de proposer une méthodologie permettant de choisir un matériau dont les propriétés mécaniques et acoustiques satisfont les performances attendues par un type d'application.

4.1 Synthèse des résultats

Les matériaux multi-fonctionnels sont de plus en plus recherchés puisqu'ils répondent à plusieurs fonctions à la fois. A titre d'illustration, les matériaux assurant l'isolation et l'absorption acoustiques dans le bâtiment doivent également pouvoir supporter des chargements mécaniques qu'on peut considérer comme parasites au regard de leur fonction principale. Le but de cette partie est de présenter une synthèse des propriétés mécaniques et acoustiques des différents matériaux testés.

4.1.1 Compression-acoustique

La figure 4.2 présente les modules de compression plane et hors plan avec en ordonnées les coefficients d'absorption acoustique minimum et maximum calculés sur un intervalle de 350 à 1000 Hz (tableau 3.1). Cette gamme de fréquences a été choisie car elle comprend les pics d'absorption de tous les matériaux étudiés. Par ailleurs, elle correspond à une plage de fréquences des sons médiums (figure 4.1). En abscisses les valeurs minimale et maximale de module obtenues

à partir des trois essais en compression plane et hors plan sont présentées (tableau 3.2). D'une façon générale, les matériaux situés en haut à droite du diagramme sont ceux dont les propriétés mécaniques et acoustiques sont maximales. Plus la surface des rectangles est grande, plus la variabilité est importante. En compression plane (figure 4.2a), les matériaux les plus rigides

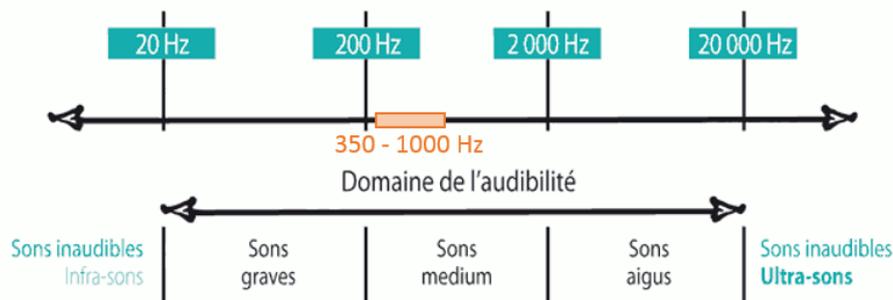


FIGURE 4.1 – Plage de fréquences audibles par l'homme. Mise en évidence de la plage de fréquence comprenant les pics d'absorption des matériaux étudiés.

sont ceux dont le taux massique de fibres est de 47% ($B05_{47}$ et $B2_{47}$) tandis que les moins rigides sont $B1_{40}$ et $B1_{70}$. Par contre, si on compare les valeurs maximales d'absorption, les matériaux $B1_{40}$ et $B2_{47}$ sont les plus absorbants et les $B05_{62}$ et $B1_{70}$ sont les moins absorbants. Ainsi, les matériaux les plus rigides sont les moins absorbants. Malgré un coefficient de variabilité de 20% pour le module, $B2_{47}$ apparaît comme le matériau assurant le meilleur compromis entre l'absorption acoustique et le module élastique de compression plane. De plus, on note que les matériaux $B1_{40}$ et $B2_{47}$ sont ceux qui ont le plus grand écart entre les absorptions minimale et maximale sur la plage de fréquences considérées. Cette forte amplitude correspond au comportement de ces matériaux dans les figures 3.9 et 3.10 présentant les pics d'absorption les plus prononcés.

S'agissant des propriétés en compression hors plan (figure 4.2b), comme discuté dans le paragraphe 3.2.2.3, on remarque que les valeurs de modules sont généralement plus élevées que celles en compression plane. Au regard de l'anisotropie, il convient de bien orienter les matériaux en fonction des niveaux de modules recherchés en fonction de l'application, hormis les contraintes liées aux procédés de fabrication. En outre, du fait des variabilités plus importantes, les rectangles se superposent. Par conséquent, il est difficile d'établir un classement entre les matériaux. Cette variabilité importante complexifie le choix d'un matériau sur la base du module en compression hors plan. Pour cette sollicitation, $B1_{40}$ est le matériau offrant à la fois les meilleures absorption acoustique et rigidité.

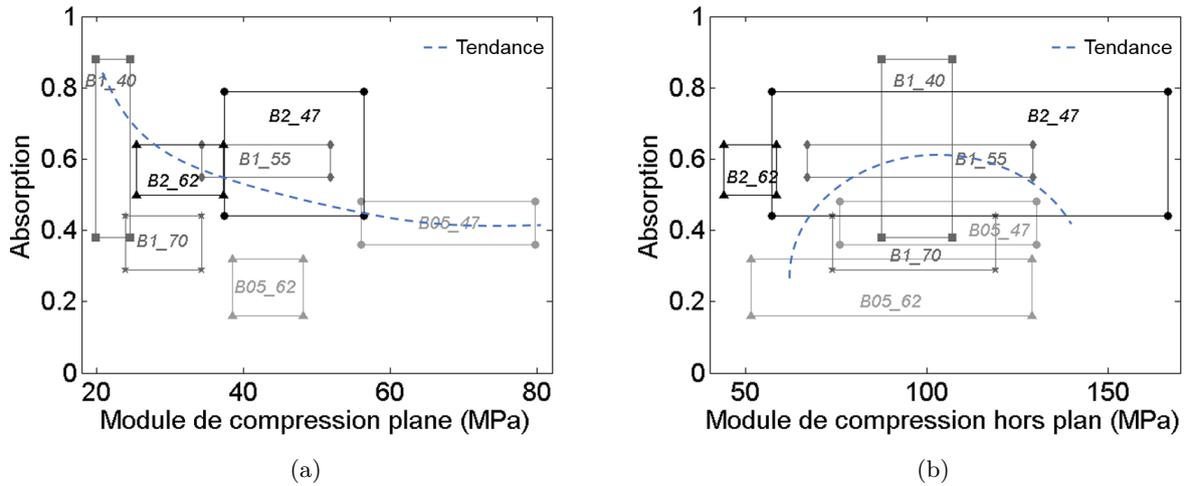


FIGURE 4.2 – Absorption acoustique minimale et maximale dans l’intervalle 350-1000 Hz en fonction des valeurs minimales et maximales de module calculées en compression plane ($E_z^{comp.}$) (a) et hors plan ($E_y^{comp.}$) (b).

4.1.2 Flexion-acoustique

Les coefficients d’absorption acoustique en fonction des modules et des contraintes évalués en flexion 3 et 4 points sont présentés dans la figure 4.3. Dans la section 3.2.3.2, la figure 3.34 a mis en évidence une corrélation plus importante entre les déformations du modèle et celles mesurées par des essais de flexion 4 points. De plus, la chute des déformations normales est plus prononcée en flexion 3 points. Sur la base de ces constats, il semble plus adapté de déterminer les modules à partir des essais de flexion 4 points et les contraintes à la rupture à partir des essais de flexion 3 points. Ainsi, la rigidité de flexion dans la figure 4.3a correspond au module E_y^{4pts} et la résistance à la flexion tracée dans la figure 4.3b correspond à la contrainte maximale σ_y^{3pts} , répertoriées dans le tableau 3.6.

Tout comme en compression, les matériaux les plus rigides en flexion (B1_70 et B2_62) sont les moins absorbants. De plus, comme noté lors de l’analyse des rigidités de flexion (au paragraphe 3.2.3.3), les composites à fibres fines (B05) ont les modules les plus variables. En conséquence, B2_47, qui se situe au milieu du domaine des modules, semble offrir le meilleur compromis entre le module de flexion et l’absorption acoustique. De plus, le modèle par éléments finis (figure 3.49) a montré qu’entre les appuis supérieurs de flexion 4 points, le matériau est sollicité en traction pure sur l’extrados et en compression sur l’intrados. Dans une certaine mesure, on pourrait rechercher un lien entre les modules de flexion 4 points et ceux de compression hors plan. Sur les graphes 4.2a et 4.3a, on observe les mêmes tendances de modules. Ainsi, il apparaît

une certaine corrélation entre les deux essais, malgré les sollicitations complexes induites par l'hétérogénéité du matériau (paragraphe 3.2.3.6).

Concernant la contrainte à la rupture en flexion (figure 4.3b), on constate un entassement des matériaux autour de 3,5 MPa, avec des coefficients d'absorption acoustique inchangés. Le matériau B1_70 se détache clairement des autres mais ses coefficients acoustiques médiocres ne permettent pas de le sélectionner pour des applications nécessitant un bon compromis acoustique/mécanique. A l'inverse B1_55 semble être un bon candidat. Dans la partie suivante, trois

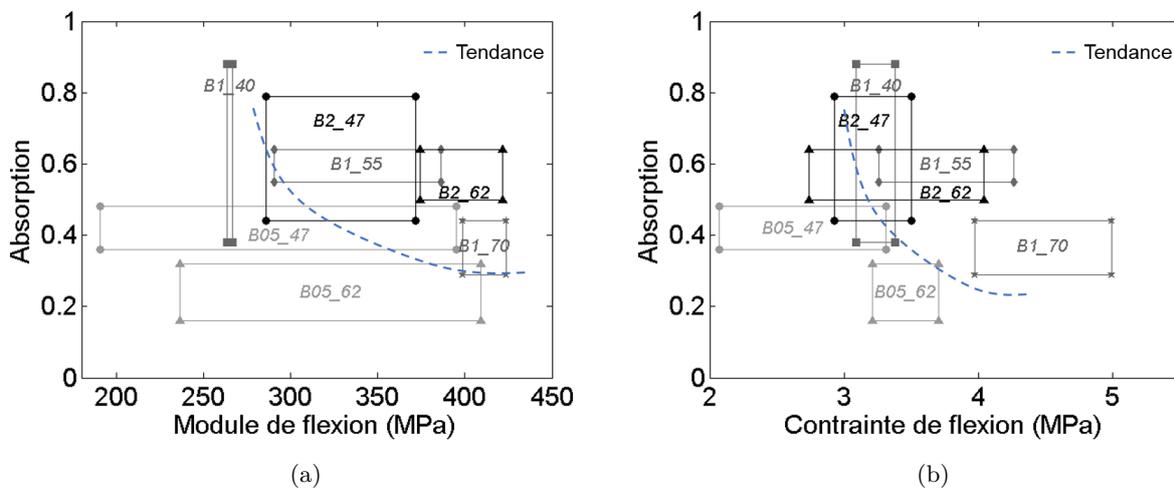


FIGURE 4.3 – Absorption acoustique minimale et maximale dans l’intervalle 350-1000 Hz en fonction des valeurs minimales et maximales de module de flexion (E_y^{4pts}) (a) et de contrainte maximale (σ_y^{3pts}) (b).

types d’application sont présentés.

4.2 Exemples d’application

En raison de leurs propriétés mécaniques et acoustiques, les composites poreux bagasse/époxy pourraient être intégrés dans la conception de lieux de vie et d’aménagements intérieurs. Dans ce paragraphe, trois types d’application potentielle du matériau sont proposés. La première met principalement en avant de bonnes propriétés d’absorption acoustique. La deuxième application nécessite à la fois des propriétés mécaniques et acoustiques élevées. Enfin dans la troisième application, seule la résistance mécanique du matériau est importante.

4.2.1 Un faux plafond suspendu

L'intérêt pour l'utilisation des matériaux écologiques comme le bois, les fibres végétales ou naturelles, le rotin... favorise leur intégration dans les espaces intérieurs. Cette partie s'intéresse aux exigences et contraintes liées à l'utilisation de faux plafonds. Le faux plafond est défini comme étant une structure que l'on ajoute au plafond d'origine, et qui est totalement indépendante du plancher de l'étage supérieur [108]. Son utilisation permet de couvrir un plancher ou un plafond en intégrant une isolation acoustique et/ou thermique et enfin de dissimuler les gaines électriques voire même d'intégrer l'éclairage. À contrario, l'installation de faux plafond peut présenter l'inconvénient de diminuer la hauteur de la pièce [109].

Incidentement, l'intégration des fibres de bagasse dans un composite poreux lui confère un caractère "écologique" et possiblement esthétique. Les caractérisations réalisées à l'aide du tube à impédance sur les différents matériaux poreux bagasse/époxy ont montré que ceux-ci possèdent des capacités d'absorption élevées. Les coefficients acoustiques sont compris entre 0,6 et 0,9 pour les matériaux les plus performants sur une plage de fréquences allant de 300 Hz à 1000 Hz (tableau 3.1). L'utilisation de ces matériaux pour la fabrication de faux plafonds est donc envisageable. La figure 4.4 illustre l'agencement possible d'un faux plafond suspendu. Des planches de matériaux peuvent être reliées au plafond de la pièce par l'intermédiaire de fixations plastiques ou métalliques. Pour cette application, les propriétés acoustiques sont plus recherchées que les performances mécaniques puisque les panneaux ne supportent que des charges marginales (poids propre, fixations..).

A cette fin, un certain nombre de normes régissent l'isolation et l'absorption acoustiques dans les nouvelles constructions. À titre d'illustration, la norme *NF EN ISO 717-1* [110] établit des valeurs de l'isolement aux bruits aériens des immeubles et des éléments de construction tels que murs, planchers, portes et fenêtres. Cette réglementation prend en considération les différents spectres sonores de sources de bruit variées telles que des sources de bruit à l'intérieur d'un immeuble et du trafic à l'extérieur d'un immeuble. Un autre exemple, pour ne citer que celles-ci, la norme *NF EN ISO 354* [111] permet de caractériser les coefficients d'absorption obtenus en champs diffus (α_w) des matériaux absorbants. Sur la base de ces mesures, l'annexe B de la norme *NF EN ISO 11654* [112] permet de classer les matériaux en quatre classes A, B, C et D en fonction de leurs coefficients α_w . Les architectes d'intérieur se réfèrent à ce classement pour choisir les matériaux destinés aux bureaux, corridors, salles de classe, hôpitaux, etc. Par ailleurs, d'autres normes [113] établissent, entre autres, la surface minimale d'une pièce à recouvrir de

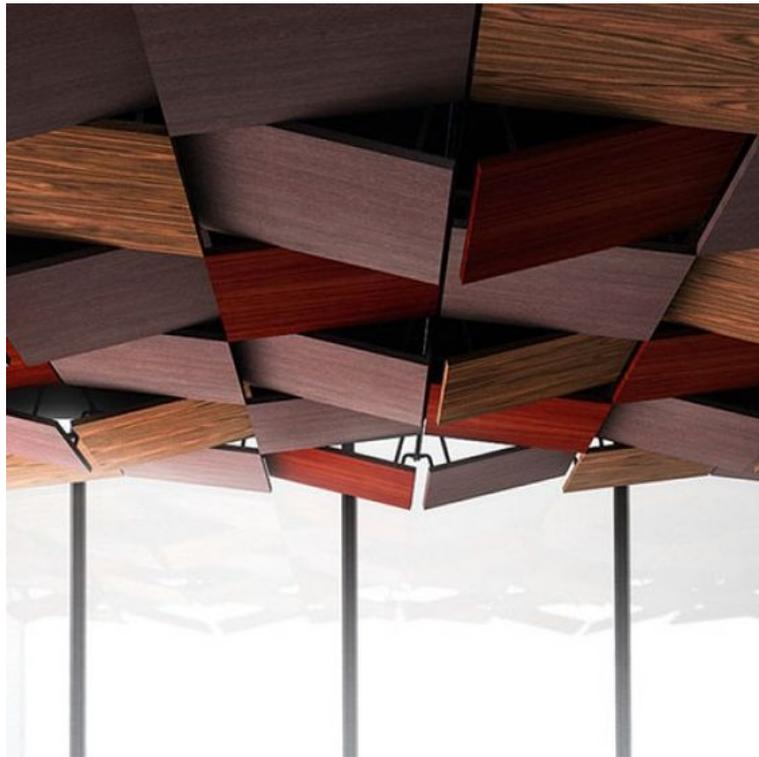


FIGURE 4.4 – Faux plafond suspendu composé de panneaux de bois.

matériaux absorbants afin de garantir un confort acoustique.

Cependant, les coefficients d'absorption (α) déterminés dans cette étude ne peuvent pas être comparés aux valeurs des normes citées précédemment. En effet, les mesures ont été réalisées au tube à impédance pour lequel les hypothèses d'ondes planes unidirectionnelles sont faites. Or les coefficients d'adsorption (α_w) de référence donnés dans les réglementations sont évalués en champ diffus, c'est-à-dire avec une source propageant dans toutes les directions. Aussi, bien qu'il n'existe pas de corrélation entre les mesures réalisées en tube et en champ diffus, on peut faire l'hypothèse que les matériaux les plus absorbants en ondes planes le resteront en champ diffus. Ainsi, sur une plage de fréquences correspondant à la voix humaine (tableau 4.1), le tableau 4.2 donne les coefficients d'absorption en fonction de quatre d'entre elles. En dessous de 150 Hz, les résultats d'absorption acoustique ne sont pas exploitables, par conséquent les absorptions à 100 Hz ne sont pas données. De plus, l'absorption acoustique moyenne (α_{moy}) est calculée à partir des quatre valeurs obtenues sur ces fréquences. Bien que α_{moy} ne correspond pas à une propriété physique, il s'agit d'obtenir une grandeur représentative des propriétés acoustiques des matériaux afin de pouvoir les comparer entre eux, sur la plage de fréquences de la voix humaine parlée. Avec une absorption moyenne de 0,36 les matériaux *B1_55* et *B2_62* sont les meilleurs absorbants. Ils sont particulièrement performants dans les fréquences correspondant aux voix

d'enfants (tableau 4.2). Dans le cas d'une salle de réunion, où l'on cherche particulièrement à absorber les voix d'adultes, le matériau *B2_62* semble offrir les performances optimales.

	Homme	Femme	Enfant
Fréquences (Hz)	100-150	200-300	300-450

TABLEAU 4.1 – Plages de fréquences de la voix humaine parlée [114]

Fréquences (Hz)	150	200	300	450	α_{moy}
<i>B05_47</i>	0,11	0,23	0,33	0,41	0,27
<i>B05_47</i>	0,02	0,09	0,13	0,22	0,12
<i>B1_40</i>	0,00	0,08	0,27	0,60	0,24
<i>B1_55</i>	0,08	0,25	0,48	0,63	0,36
<i>B1_70</i>	0,12	0,21	0,27	0,34	0,24
<i>B2_47</i>	0,00	0,10	0,32	0,66	0,27
<i>B2_62</i>	0,07	0,25	0,50	0,63	0,36

TABLEAU 4.2 – Absorptions acoustique mesurées au tube à impédance sur une épaisseur de 56 mm des matériaux de l'étude aux fréquences de 150 Hz, 200 Hz, 300 Hz et 450 Hz. α_{moy} est l'absorption acoustique moyenne arithmétique calculée sur ces quatre fréquences.

Ultérieurement, il serait intéressant de réaliser des essais en transmission afin d'évaluer les pertes acoustiques, en vue de caractériser les propriétés d'isolation des matériaux. En outre, des essais d'absorption en champ diffus pourront permettre de comparer les matériaux de l'étude aux matériaux standards couramment utilisés dans l'aménagement intérieur, sur la base de la norme *NF EN ISO 11654* [112]. Dans l'exemple suivant, à la fois l'absorption acoustique et la résistance mécanique sont recherchées.

4.2.2 Une cloison intérieure

En général, les différentes pièces des habitations sont séparées par des cloisons non porteuses en plaque de plâtre. Ces plaques sont fabriquées à partir de plâtre moulé entre deux fines couches de carton afin d'avoir un matériau solide. Elles sont montées par vissage, sur un rail, ou sur des montants en bois ou métalliques. La plupart du temps, une cloison se monte avec une première plaque de plâtre, suivie par la pose de laine de verre ou de tout autre isolant thermique et/ou

acoustique, et enfin l'installation d'une seconde plaque de plâtre [115]. Ainsi, la fabrication de plaques de plâtre est régie par des normes telle que *NF EN 520-A1* [116] qui fixent leurs propriétés mécaniques. L'obtention de la certification norme française (NF) est subordonnée au respect d'un strict cahier des charges [117]. Les propriétés acoustiques et thermiques des plaques de plâtre ne sont pas exigées, cependant elles sont appréciées pour l'isolation des pièces. Ainsi, puisque les composites bagasse/époxy possèdent des propriétés mécaniques, acoustiques et thermiques (ces dernières sont présentées dans l'annexe 5.2) intéressantes, ils peuvent être envisagés comme matériaux alternatifs au plâtre, à la réalisation de cloisons non porteuses et isolantes.

Pour ce type d'application, le choix du matériau le plus adapté se fait sur la base de la réglementation de certification NF des plaques de plâtre (*NF 081*) [117]. Cette dernière fixe les épaisseurs des plaques et impose les critères d'acceptabilité en termes de masse surfacique, flèches maximales, résistance à la flexion 3 points, dureté superficielle, absorption d'eau en surface et enfin de reprise d'eau en immersion. Bien que l'épaisseur des matériaux de l'étude (28 mm) ne corresponde pas à celles normalisée, les calculs suivants sont faits à partir des données d'une plaque de 25 mm d'épaisseur. Le but est de déterminer la contrainte acceptable en flexion 3 points d'une plaque dont les dimensions sont fixées par la réglementation et de la comparer à celle des sept matériaux concurrents de l'étude. Celui dont la contrainte moyenne est supérieure à la contrainte minimale calculée sera retenu.

Les essais de flexion 3 points sont réalisés sur des éprouvettes de 400 mm de longueur, 300 mm de largeur et 25 mm d'épaisseur. Selon *NF 081*, la force à la rupture doit être supérieure à 1400 N. Dans ces conditions, la valeur de la contrainte seuil calculée par la relation (3.17) vaut 4,5 MPa. En se référant au tableau 3.6, le seul spécimen dont la contrainte moyenne ($\sigma_y^{3pts} = 4,6 \text{ MPa}$) est supérieure à cette valeur, est *B1_70*. En termes de tenue mécanique, le composite fabriqué à partir de 70% en masse de fibres de canne à sucre dont le diamètre est compris entre 1 et 2 mm est le seul matériau qui satisfait aux exigences de normalisation française. A titre indicatif, le tableau 4.3 compare les caractéristiques d'une plaque de plâtre certifiée *NF* de 18 mm d'épaisseur et du composite bagasse/époxy *B1_70*. Toutefois, bien que ces valeurs ne soient pas comparables, elles permettent de situer le matériau bagasse/époxy dans la famille des matériaux utilisés pour des cloisons intérieures. On peut noter que le caractère poreux du *B1_70* lui confère des propriétés thermiques intéressantes. Par contre, il possède une faible absorption acoustique, $\alpha_{moy} = 0,24$, sur la plage de fréquence de la voix humaine parlée (tableau 4.2).

Dans le cas où l'on souhaite augmenter l'absorption acoustique de la cloison sur la plage de

	STD BA 18	NF B1_70
Épaisseur (mm)	18	28
Masse surfacique (kg/m^2)	14,2	9,9
Résistance à la rupture en flexion (N)	≥ 1000	577
Conductivité thermique (W/mK)	0,23	0,11
Déformation sous charge (mm)	$\leq 1,5$	4,7

TABLEAU 4.3 – Comparaison des caractéristiques techniques d'une plaque de plâtre certifiée *NF* (STD BA 18) et du composite bagasse époxy *B1_70* [118].

fréquences de la voix humaine, il est indispensable de respecter les exigences de la réglementation (*NF 081*) [117]. A cette fin, il convient d'optimiser les paramètres de fabrication du matériau en vue de maximiser l'absorption acoustique, tout en veillant à ce que la contrainte à la rupture de flexion soit supérieure ou égale à 4,5 MPa, d'après les calculs précédents. Les polynômes du plan d'expériences (équation (2.1)) permettent de déterminer les valeurs des diamètres et taux massiques de fibres pour une valeur de contrainte ou d'absorption acoustique donnée dans le domaine d'étude.

Le polynôme de réponse de la contrainte à la rupture de flexion 3 points a été présenté et discuté dans le paragraphe 3.2.3.4. Le polynôme de l'absorption acoustique moyenne (α_{moy}) entre 150 et 450 Hz est explicité par la relation (4.1) et la surface de réponse associée est tracée dans la figure 4.5. Cette figure présente également la surface de la contrainte maximale de flexion 3 points. Il faut cependant souligner que les épaisseurs des éprouvettes testées en flexion et en acoustique sont différentes pour les raisons évoquées au paragraphe 3.1. Toutefois, l'amplitude de l'absorption acoustique ne dépend pas de l'épaisseur, autrement dit les meilleurs absorbants à 56 mm le restent à 28 mm. Aussi, on ne tient pas compte du décalage de l'absorption en fréquences qu'occasionne une diminution de l'épaisseur.

$$Y_{10} = 0,36 - 0,01x_1 + 0,07x_2 - 0,12x_{11} - 0,10x_{22} + 0,14x_{12} \quad (4.1)$$

L'absorption acoustique moyenne (α_{moy}) est maximale pour les matériaux dont le diamètre des fibres est de 2,3 mm et dont le taux de fibre est compris entre 50 et 68% (figure 4.5c). A l'inverse, la contrainte de flexion est maximisée lorsque le diamètre des fibres est de 1,7 mm et lorsque M_f est proche de 70%. Cette observation confirme le constat fait au paragraphe 4.1 selon lequel l'absorption acoustique et la résistance à la rupture en flexion ont des tendances antago-

nistes. Ainsi, les possibilités de trouver un matériau optimal sont restreintes. La comparaison mathématique (des deux polynômes équations 3.8 et (4.1)) et graphique (des figures 4.5c et 4.5d) permet de fixer les valeurs des paramètres de fabrication du matériau optimisé. Ce matériau est composé de 70% en masse de fibres de 2 mm de diamètre. Il possède une contrainte maximale de flexion de 4,5 MPa et une absorption acoustique moyenne de 0,26, un peu plus élevée que celle du matériau *B1_70* estimée à 0,24. Pour valider ces données, il faudrait fabriquer ce matériau et réaliser des essais de flexion et d'absorption acoustique.

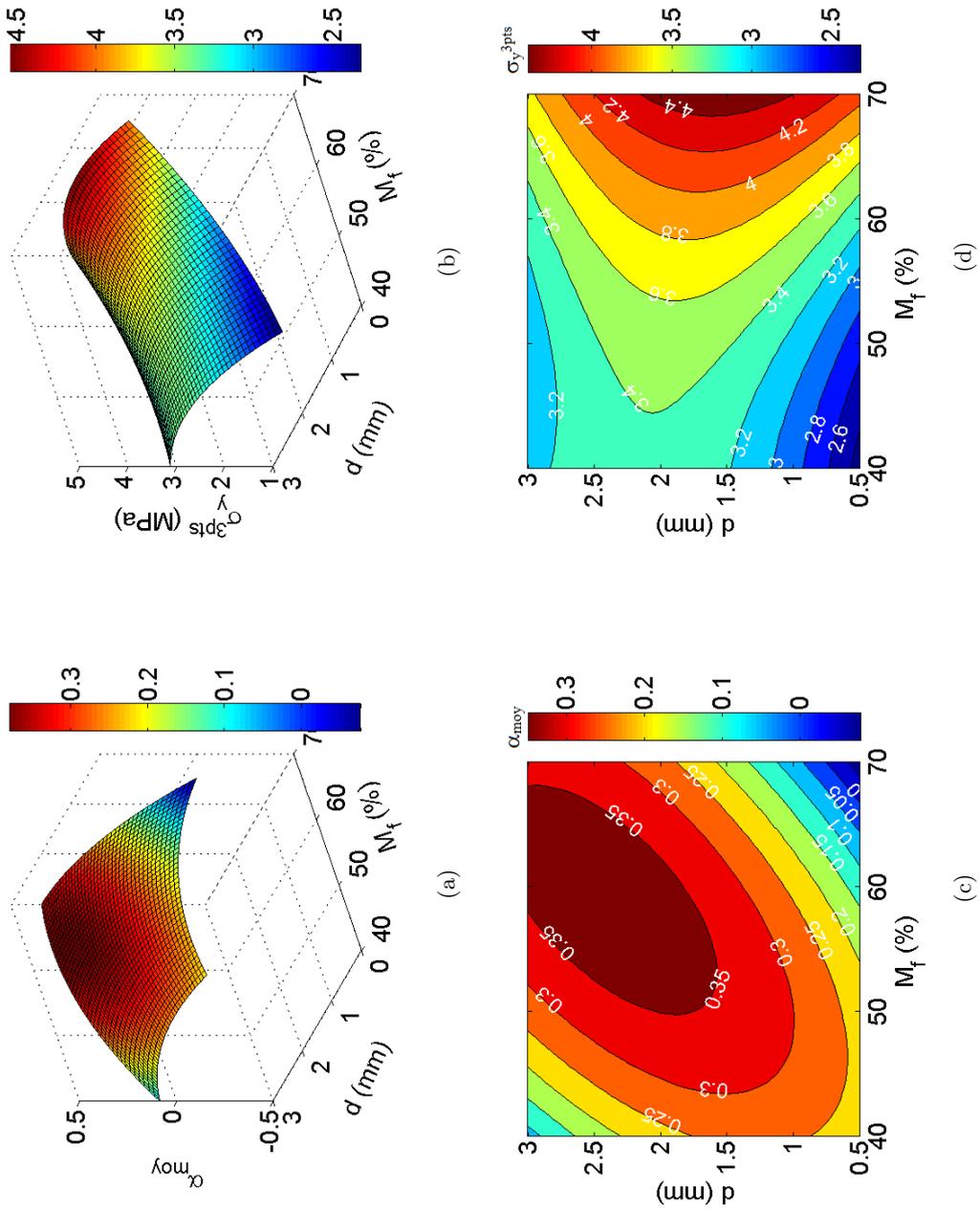


FIGURE 4.5 – Surfaces de réponses et courbes de niveau de l'absorption moyenne (a-c) et de la contrainte maximale de flexion 3 points (b-d).

4.2.3 Une table de salle à manger

L'utilisation de matériaux écologiques, renouvelables et durables comme objets de décoration ou pour la fabrication de mobilier d'intérieur représente une tendance très à la mode [119, 120]. Ainsi, dans cette partie, un plateau de table de salle à manger en fibres de bagasse sera conçu. Une estimation du coût de revient sera également faite.

Il est souhaité de concevoir un plateau de table pouvant accueillir six personnes à manger et pouvant supporter une charge de 100 kg en flexion 3 points. Pour cela, il convient de déterminer la contrainte maximale et de choisir le matériau adapté. Les dimensions sont définies sur la base d'un catalogue d'ameublement [119] (figure 4.6). L'épaisseur (h) du plateau est fixée à 28 mm du fait des conditions de l'étude. En flexion 3 points, la contrainte à la rupture (σ_y^{3pts}) est donnée

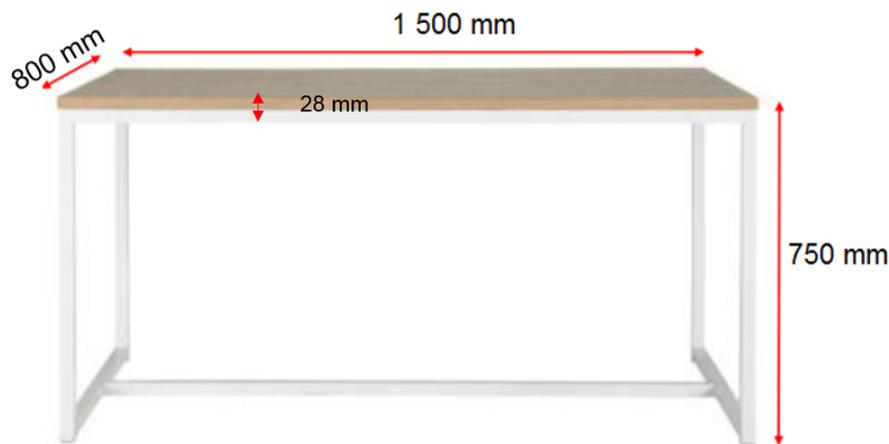


FIGURE 4.6 – Dimensions d'une table six personnes d'une salle à manger [119]

par la relation (3.17). L'application numérique en fonction des données indique une contrainte minimale de 3,5 MPa. B1_70 est le matériau qui possède la résistance à la rupture la plus importante avec une contrainte maximale moyenne de 4,6 MPa (tableau 3.6). L'utilisation de ce matériau permet d'appliquer un coefficient de sécurité 1,3 par rapport à la valeur contrainte minimale fixée. En revanche, les coûts de fabrication estimés sont relativement élevés. En effet, si l'on considère le prix d'une tonne de bagasse à 14 € [11] et celui d'un kilo de résine époxy à 15 € [121], le prix du panneau bagasse/époxy fabriqué avec 70% de masse de fibres avec une épaisseur de 28 mm, est estimé à 53 €. Les estimations ne tiennent pas compte des coûts liés à l'investissement des machines, ni du transport, de la main d'œuvre etc. Toutefois, cette étude préalable montre que le coût de revient de la table est principalement piloté par le prix de la résine. Bien que l'utilisation de cette résine permette d'augmenter les cadences de production avec un temps de réticulation court (1h à 80°C), son prix reste relativement important. Afin de

réduire les coûts de production, on pourrait opter pour une autre résine moins chère.

4.3 Conclusion

Les graphiques d'absorption acoustique en fonction des modules de compression et de flexion tracés dans la première partie ont montré que les matériaux les plus rigides sont les moins absorbants. Ce constat a également été fait s'agissant de la résistance à la flexion. Ainsi, l'absorption acoustique et les performances mécaniques sont des propriétés dont les tendances s'opposent. Pour cette raison, il est difficile de trouver le matériau optimum, d'autant plus que les variabilités des modules sont importantes. Le matériau *B2_47* présente, à la fois, la meilleure absorption acoustique entre 350 Hz et 1000 Hz et les meilleures rigidités de compression plane et de flexion tandis les matériaux *B1_40* et *B1_55* sont ceux qui offrent respectivement le meilleur compromis absorption/rigidité de compression hors plan et absorption/contrainte maximale.

De plus, grâce leurs propriétés et à leur nature écologique, on conçoit facilement l'intégration de ces matériaux dans des structures destinées à l'aménagement intérieur des bâtiments. Pour les trois applications présentées, le matériau de l'étude le plus adapté au cahier des charges a été proposé. De plus, les paramètres de fabrication (diamètre des fibres et taux massique de fibres) issus des polynômes du plan d'expériences ont été présentés dans les cas de conception d'une cloison d'intérieur. Il est vrai que beaucoup d'hypothèses ont été faites dans cette partie mais le but est de proposer une démarche de conception à partir des résultats de l'étude. Concernant l'acoustique, des mesures d'absorption en champ diffus seraient indispensables afin de pouvoir comparer les composites bagasse/époxy aux absorbants classiques. En outre, des essais en transmission acoustique permettront d'évaluer la capacité d'isolation acoustique des matériaux. S'agissant de la mécanique et pour les applications présentées, des essais d'indentation, de vieillissement, d'absorption d'humidité et de résistance au feu sont incontournables.

Chapitre 5

Conclusion générale et perspectives

5.1 Conclusion

L'étude bibliographique a justifié l'intérêt d'intégrer les fibres végétales et particulièrement celles de canne à sucre, du fait de sa faible masse volumique, dans la fabrication de matériaux composites. Dans ces travaux, les fibres de bagasse ont d'abord été caractérisées d'un point de vue morphologique et hygroscopique ainsi que leur masse volumique. Une méthode de fabrication de matériaux composites poreux à base de fibres de bagasse a ensuite été développée. Enfin, une étude expérimentale a permis de mettre en évidence leurs comportements mécanique et acoustique par l'intermédiaire d'essais de compression, de flexion et de mesures d'absorption acoustique. En outre, l'analyse des champs locaux de déformation a permis d'étudier les mécanismes d'endommagement du composite par différentes sollicitations. Ainsi, les principales conclusions saillantes apparues au fil de l'étude des composites poreux épais sont les suivantes.

- Du fait de leur hétérogénéité, les fibres de bagasse ont été tamisées en 4 classes. Une étude par analyse d'images a révélé que le procédé de tamisage classe les fibres par leur diamètre, correspondant à la plus grande dimension transversale. De plus, cette même étude a montré, comme la plupart des fibres végétales, que les histogrammes de distribution des longueurs et des diamètres des fibres peuvent être approchés de façon satisfaisante par des lois log-normales. Ainsi la longueur moyenne des fibres de bagasse a été estimée à 6,34 mm et le diamètre moyen à 1,04 mm. Par ailleurs, la caractérisation hygroscopique par méthode gravimétrique, a montré que la reprise d'humidité massique maximale de la bagasse est de 23% lorsqu'elle est conditionnée à 38°C à 95% d'humidité relative. Enfin, la masse volumique moyenne de la bagasse mesurée par pycnométrie à hélium est de 1315 kg/m^3 , avec une faible variabilité inter-classe.

- S'agissant de la fabrication des composites bagasse/époxy, sept matériaux ont été fabriqués à l'aide d'un d'expériences de Doehlert. Ils ont été mis en œuvre à partir de trois géométries de fibres (*B05*, *B1* et *B2*) et de cinq taux massiques de fibres (40 ; 45 ; 47 ; 62 et 70%) par thermo-compression. Les épaisseurs et masses volumiques moyennes ont été fixées respectivement à 28 mm et 354 kg/m^3 . Les composites étudiés ont la même porosité moyenne, estimée à 71%. L'observation de la micro-structure a révélé une anisotropie des matériaux due à l'arrangement aléatoire des fibres dans le plan de fabrication et à une organisation sous forme de couches de fibres perpendiculairement à la direction de compactage. En outre, il a été montré que la taille des pores diminue quand les diamètres de fibres sont faibles et leurs taux massiques élevés.
- La porosité importante des composites bagasse/époxy leur confèrent une absorption acoustique élevée qui a été mesurée à l'aide d'un tube à impédance. L'analyse a montré que celle-ci augmente avec le diamètre des fibres, tout en diminuant avec leur proportion massique sur la plage de fréquences comprises entre 50 et 1500 Hz. Deux types de comportement ont été mis en évidence. Quatre des matériaux de l'étude présentaient un pic d'absorption entre 350 et 1000 Hz tandis que celui des autres matériaux était atténué du fait des pertes visco-thermiques importantes due à leurs faibles diamètres de pores.
- Afin de caractériser le comportement mécanique des matériaux, des essais de compression parallèlement (plane) et perpendiculairement (hors plan) à la direction de compactage ont été réalisés sur des éprouvettes cubiques. En compression plane, les matériaux présentent le comportement typique des matériaux poreux décrit en trois phases (linéaire, plateau et densification). Les modules de compression plane de l'ordre de 40 MPa, sont relativement faibles mais restent dans l'ordre de grandeur de ceux des bétons de chanvre. Toutefois, les modules, les limites élastiques et les énergies d'absorption sont maximaux pour des faibles diamètres de fibres et un taux massique autour de 55%. En effet, au delà de cette valeur les propriétés de compression plane se dégradent car le taux massique de résine n'est pas suffisant pour assurer une bonne imprégnation des fibres et pour pouvoir transmettre les efforts. La corrélation d'images a montré des localisations de déformations locales importantes au cours de l'essai. Par ailleurs, les essais de compression hors-plan ont mis en évidence une rupture par flambement des fibres. Une variabilité importante des propriétés mécaniques et notamment des propriétés à la rupture a été observée avec des modules autour de 93 MPa et des contraintes maximales autour de 2 MPa. En outre, l'étude a révélé un comportement fragile des matériaux en compression hors plan, très différent de

celui observé en compression plane, confirmant ainsi le caractère isotrope transverse des matériaux. D'après l'analyse des degrés d'anisotropie, les matériaux à fibres les plus fines (B05) sont les moins anisotropes.

- La caractérisation mécanique a été complétée par des essais de flexion 3 et 4 points. Ces derniers ont montré une augmentation du module de flexion et de la contrainte à la rupture avec le diamètre et le taux de fibre. Par ailleurs, l'analyse par corrélation d'images a mis en évidence une évolution non-linéaire des champs de déformations normales dans l'épaisseur du matériau. Une dissymétrie des déformations normales a été observée sur les bords des éprouvettes, les déformations de traction étant toujours plus importantes que celles de compression. Ce constat a justifié l'initiation systématique de la rupture sur l'extrados de l'éprouvette, où apparaissent des localisations de déformations normales plus nombreuses que sur l'intrados. S'agissant des modes de rupture en flexion 4 points, deux familles de matériaux ont été définies. Les matériaux, dont la résistance à la traction est faible, cassent entre les appuis supérieurs alors que les autres cassent en dehors de cette zone. Pour les deux cas de flexion, la corrélation d'images a montré qu'une augmentation du taux de fibres diminue les phénomènes de localisation des déformations et tend à homogénéiser le composite.
- La synthèse des résultats a montré que les propriétés mécaniques, de flexion et de compression, et l'absorption acoustique présentent des tendances antagonistes.
- Enfin, trois applications ont été proposées pour lesquelles il s'agissait de trouver le matériau de l'étude qui répondait le mieux au cahier des charges. Dans l'un des cas, les paramètres de fabrication des matériaux ont été proposés sur la base du polynôme de réponse du plan d'expériences.

5.2 Perspectives

L'ensemble des résultats constitue une première base de données expérimentale qu'il serait intéressant de compléter par des essais supplémentaires. De plus, il est nécessaire d'approfondir la compréhension des phénomènes observés. Ainsi, ce travail suscite un certain nombre de perspectives qui sont détaillées subséquentement.

- **Caractérisation des fibres.** En raison des hypothèses faites sur le lien entre la rigidité des fibres et celle du composite, il convient d'identifier les propriétés mécaniques des fibres suivant les différentes classes. On peut envisager des essais de traction sur des fibres uni-

taires, pour en déterminer le module et la résistance à la rupture, comme Bourmaud et al. l'ont fait sur des fibres de lin [122].

- **Procédé de fabrication.** Les différents essais menés ont mis en évidence une dispersion importantes des propriétés mécaniques des matériaux. Afin de réduire cette variabilité il sera nécessaire d'améliorer le procédé de fabrication, notamment afin d'obtenir une plus grande homogénéité. Ensuite, il convient de montrer l'influence de la masse volumique et par conséquent de la porosité des composites sur leurs propriétés mécaniques et acoustiques. De plus, à épaisseur constante, la variation de la densité modifie le taux de compactage. Il serait intéressant de regarder l'influence de ce dernier sur le degré d'anisotropie des matériaux.
- **Acoustique.** Des essais en transmission sont nécessaires afin de déterminer les propriétés d'isolation acoustique des matériaux. La caractérisation de l'absorption acoustique en champ diffus, plus représentative de l'absorption recherchée dans le domaine applicatif, permettra de compléter la base de données. Par ailleurs, des mesures de porosité, de perméabilité au passage de l'air et de tortuosité permettront d'identifier les paramètres du modèle semi-phénoménologique *Johnson-Champoux-Allard* (JCA). Il permettrait de modéliser l'absorption acoustique d'un matériau quelconque en fonction ses paramètres physiques.
- **Mécanique.** Dans un premier temps, des essais de compression cyclés sont fondamentaux pour mieux comprendre les mécanismes d'endommagement des matériaux. Ensuite, il faudra valider les polynômes de réponses du plan d'expériences par la fabrication et la caractérisation d'autres matériaux appartenant au domaine d'étude. De plus, l'utilisation de modèles par éléments finis plus représentatifs des matériaux étudiés permettrait de mieux prédire leur comportement mécanique.
- **Microstructure.** Une meilleure connaissance de la micro-structure du matériau est nécessaire afin d'interpréter les propriétés acoustiques et mécaniques. L'utilisation de la tomographie aux rayons X permettrait de valider certaines de nos hypothèses et d'établir un lien entre le procédé de fabrication, les constituants du matériau poreux et ses propriétés. Une étude, en cours, utilisant une méthode par conductivité thermique [123] doit également permettre de caractériser la distribution de la taille des pores et d'infirmier ou de confirmer les hypothèses faites.

Bibliographie

- [1] A.T. Le, A. Gacoin, A. Li, T.H. Mai, and N. EL Wakil. Influence of various starch/hemp mixtures on mechanical and acoustical behavior of starch-hemp composite materials. *Composites Part B : Engineering*, 75 :201–211, June 2015.
- [2] G. Balciunas, A. Zvironaite, S. Vejelis, A. Jagniatinskis, and S. Gaiducis. Ecological, thermal and acoustical insulating composite from hemp shives and spropel binder. *Industrial Crops and Products*, 91 :286–294, November 2016.
- [3] E. Gourlay, P. Glé, S. Marceau, C. Foy, and S. Morcardeli. Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials*, 139 :513–523, May 2017.
- [4] FDR. Données internes. Technical report, Fibres recherche développement Troyes, 2011.
- [5] Trade and markets division of fao, jute, kenaf, sisal, abaca, coir and allied fibres. Technical report, Food and agriculture organization of the United Nations., 2010.
- [6] Y. Cao, S. Shibata, and I. Fukumoto. Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 37(3) :423–429, 2006.
- [7] K. Doost-Hoseini, H. R. Taghiyari, and A. Elyasi. Correlation between sound absorption coefficients with physical and mechanical properties of insulation boards made from sugar cane bagasse. *Composites Part B : Engineering*, 58 :10–15, March 2014.
- [8] A. Putra, Y. Abdullah, H. Efendy, W. M. Farid, Md Razali Ayo, and M. Sajidin Py. Utilizing sugarcane wasted fibers as a sustainable acoustic absorber. *Procedia Engineering*, 53 :632–638, 2013.
- [9] Volume de production de canne à sucre au niveau mondial entre 2010 et

- 2014 (en millions de tonnes). <https://fr.statista.com/statistiques/564022/canne-a-sucre-volume-production-monde/>, 2016.
- [10] Y. Le Chevalier. La canne à sucre en guadeloupe, en martinique et à la réunion. http://agreste.agriculture.gouv.fr/IMG/pdf_primeur256.pdf, 2011.
- [11] Juste prix pour la bagasse : 14 euros/tonne de cannes dès l’an prochain. Témoignages, Novembre 2008.
- [12] B. Normand. Un procédé biologique pour produire du papier à partir de déchets de canne à sucre. *BIOTECHNOLOGIES*, 2006.
- [13] Ministère. Traitements envisageables pour la bagasse. In *Ministère de l’environnement & fondation de l’eau.*, 1986.
- [14] C. Lader. Des champignons bios en martinique. *France-Antilles Martinique*, 2011.
- [15] C. Onésippe and K. Bilba. Sugar cane bagasse fibres reinforced cement composites : Thermal considerations. *Composites : Part A*, 41(4) :549–556, April 2010.
- [16] A.A.E. Hussein, N. Shafiq, M.F. Nuruddin, and F. A. Memon. Compressive strength and microstructure of sugar cane bagasse ash concrete. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*, 7(12) :2569–2577, 2014.
- [17] J. Fauquet, B. Gineau-Delyon, and E. Villemin. L’histoire des matériaux depuis l’âge de pierre. *Ressources multimédias et édition du CEA*, 2016.
- [18] J-L Pariente and P. Conort. Histoire des matériaux ou de l’âge de pierre aux matières plastiques. 2005.
- [19] P.B. Gning. *Contribution à l’étude de la durabilité des composites à fibres de lin et de verre : tenue en fatigue et au choc*. PhD thesis, Université de Bourgogne, 2014.
- [20] M. Malha. *Mise en oeuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de doum*. PhD thesis, Université Mohammed V - Agdal Faculté des sciences Rabat, 2013.
- [21] P. Bellasse. <http://www.technopolemartinique.org/ctcs/>.
- [22] http://www.canne-progres.com/publications/pdf/guide_fertilisation_1.pdf.

-
- [23] E. Gérardeaux. Des cannes à vocation énergétique. <http://www.cirad.fr/nos-recherches/resultats-de-recherche/2011/des-cannes-a-vocation-energetique>, Juin 2014.
- [24] H. Archimède, X. Xande, J-L. Gourdine, A. Fanchone, G. Alexandre, M. Boval, O. Coppry, R. Arquet, J. Fleury, C. Regnier, and D. Renaudeau. La canne à sucre et ses co-produits dans l'alimentation animale. *Innovations Agronomiques*, 16 :165–179, 2011.
- [25] Rondeau. Canne et énergie renouvelable : Contribution à la réduction d'émission de gaz à effet de serre. *Rencontres internationales pluridisciplinaires, Perspectives de développement de la canne en milieu insulaire, Stella Matutina, Ile de La Réunion*, page 9, 2002.
- [26] M.G Rasula, V Rudolpha, and Carskyb. Physical properties of bagasse. *Fuel* 78, 78(8) :905–910, June 1999.
- [27] S.M. Luz, A.R. Gonçalves, P.M.C. Ferrão, M.J.M. Freitas, A.L. Leão, and A.P. De ?Arco Jr. Water absorption studies of vegetable fibers reinforced polypropylene composites. In *Proceedings of 6th International symposium on natural polymers and composites*, 2007.
- [28] E. Hugot. *La sucrerie de cannes*. Tec & Doc, 1970.
- [29] Z. Bubnik, P. Kadlec, D. Urban, and M. Bruhns. The sugar engineers. <http://www.sugartech.co.za/density/>.
- [30] WR. Crawford. Sugar cane technol. *Australia*, 1954.
- [31] J. Pidduck. Physical properties of bagasse. In *Twenty-Second conference*, 1955.
- [32] J-M Berthelot. *Matériaux Composites*. Lavoisier, 2005.
- [33] D. Wyart. Résines époxydes (ep) et résines diallylphthalates (dap) : élaboration et propriétés. *Techniques de l'Ingénieur*, 2014.
- [34] Y. Libo and C. Nawawi. Effect of water, seawater and alkaline solution ageing on mechanical properties of flax fabric/epoxy composites used for civil engineering applications. *Construction and Building Materials*, 99 :118–127, Novembre 2015.
- [35] P. B. Gning, S. Liang, L. Guillaumat, and W.J. Pui. Influence of process and test parameters on the mechanical properties of flax/epoxy composites using response surface methodology. *Springer Science+Business Media*, 46(21) :6801–6811, November 2011.
-

- [36] G. Caprino, L. Carrino, M. Durante, A. Langella, and V. Lopresto. Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures*, 133 :892–901, December 2015.
- [37] G. Lebrun, A. Couture, and L. Laperrière. Tensile and impregnation behavior of unidirectional hemp/paper/epoxy and flax/paper/epoxy composites. *Composite structures*, 103 :151–160, September 2013.
- [38] S. Liang, P.-B. Gning, and Laurent Guillaumat. Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 63 :36–45, 2014.
- [39] M. Kersani, S. V Lomov, A. W. Van Vuure, A. Bouabdallah, and I. Verpoest. Damage in flax/epoxy quasi-unidirectional woven laminates under quasi-static tension. *Journal of Composite Materials*, 49(4) :403–413, 2014.
- [40] Z. Mahboob, I. El Sawi, R. Zdero, Z. Fawaz, and H. Bougherara. Tensile and compressive damaged response in flax fibre reinforced epoxy composites. *Composites : Part A*, 92 :118–133, 2017.
- [41] A.T. Le, A. Gacoin, A. Li, T.H. Mai, M. Rebay, and Y. Delmas. Experimental investigation on the mechanical performance of starch–hemp composite materials. *Construction and Building Materials*, 61 :106–113, June 2014.
- [42] N. El Hajj, R.M. Dheilily, A. Goullieux, Z. Aboura, M.L. Benzeggagh, and M. Quéneudec. Innovant agromaterials formulated with flax shaves and proteinic binder : Process and characterization. *Composites Part B : Engineering*, 43 :381 – 390, 2012.
- [43] A. Couture, G. Lebrun, and L. Laperrière. Mechanical properties of polylactic acid (pla) composites reinforced with unidirectional flax and flax-paper layers. *Composite Structures*, 154 :286–295, October 2016.
- [44] N. Graupner, D. Labonte, and J. Müssig. Rhubarb petioles inspire biodegradable cellulose fibre-reinforced pla composites with increased impact strength. *Composites Part A*, 98 :218–226, July 2017.
- [45] M. Murariu and P. Dubois. Pla composites : From production to properties. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 107 :17–46, December 2016.
- [46] S. Caillol. Les résines époxy biosourcées. *Techniques de l'Ingenieur*, (IN136 V1), 2011.

- [47] Sr 1280 / sz 851x ultra slow systems @ room temperature fast curing from 60 °c / tg > 140 °c. Technical report, Sicomin Epoxy Systems, 31 avenue de la Lardière, 13220 Châteauneuf les Martigues, France, 2014.
- [48] Sr infugreen 810 green epoxy systems for injection and infusion. Technical report, Sicomin Epoxy Systems, 31 avenue de la Lardière, 13220 Châteauneuf les Martigues, France, March 2017.
- [49] Sr greenpoxy 56 clear epoxy resin. Technical report, Sicomin Epoxy Systems, 31 avenue de la Lardière, 13220 Châteauneuf les Martigues, France, December 2015.
- [50] Sr greenpoxy 33 / sz 8525 clear epoxy system for compression moulding. Technical report, Sicomin Epoxy Systems, 31 avenue de la Lardière, 13220 Châteauneuf les Martigues, France, February 2016.
- [51] https://www.resoltech.com/IMG/pdf/1070_ECO_-_1074_ECO_-_10.04.2015.pdf.
- [52] T. Bourbié, O. Coussy, and B. Zinszner. *Acoustique des milieux poreux*. Institut français du pétrole, 1986.
- [53] B. Brouard, B. Castagnède, M. Henry, D. Lafarge, and S. Sahraoui. Mesure des propriétés acoustiques des matériaux poreux. *Techniques de l'Ingenieur*, (R6120 V1), Mars 2003.
- [54] L. de Ryck. *Acoustical characterisation of macroscopically inhomogeneous porous materials*. PhD thesis, Université de Leuven, 2008.
- [55] H. Jaffel. *Caractérisation multi-échelles de matériaux poreux en évolution : cas du plâtre*. PhD thesis, Ecole Polytechnique X, 2006.
- [56] P. Glé, E. Gourdon, and L. Arnaud. Acoustical properties of materials made of vegetable particles with several scales of porosity. *Applied Acoustics*, 72(5) :249–259, 2011.
- [57] T. T. Nguyen. *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*. PhD thesis, Université de Bretagne-Sud, Janvier 2010.
- [58] Chanvre service. la fibre naturellement. <http://www.chanvreservice.com/>.
- [59] N. Mati-Baouche, H. De Baynast, A. Lebert, S. Sun, C.J. Sacristan Lopez-Mingo, P. Leclaire, and P. Michaud. Mechanical, thermal and acoustical characterizations of an insu-

- lating bio-based composite made from sunflower stalks particles and chitosan. *Industrial Crops and Products*, 58 :244–250, July 2014.
- [60] J. Merotte, A. Le Duigou, A. Bourmaud, K. Behloui, and C. Baley. Mechanical and acoustic behaviour of porosity controlled biocomposite. In *European Conference on Composite Materials*, Munich, Germany, 26-30th June 2016 2016.
- [61] A. G. Yiotis, M. E. Kainourgiakis, G. C. Charalambopoulou, and A. K. Stubos. Microscale characterisation of stochastically reconstructed carbon fiber-based gas diffusion layers ; effects of anisotropy and resin content. *Journal of Power Sources*, 320 :153–167, July 2016.
- [62] M. Blétry. Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux. Technical report, 2006-2007.
- [63] R. Walker, S. Pavia, and R. Mitchell. Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes. *Construction and Building Materials*, 61 :340–348, June 2014.
- [64] T.T. Nguyen, V. Picandet, S. Amziane, and C. Baley. Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. *Eur J Environ Civ Eng*, 13 :1039–1050, 2009.
- [65] N. El Hajj, B. Mboumba-Mamboundou, R-M. Dheilly, Z. Aboura, M. Benzeggagh, and M. Queneudec. Development of thermal insulating and sound absorbing agro-sourced materials from auto linked flax-tows. *Industrial Crops and Products*, 34(1) :921–928, July 2011.
- [66] L. Arnaud and E. Gourlay. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials*, 28(1) :50–56, March 2012.
- [67] A. Youssef, V. Picandet, T. Lecompte, and N. Challamel. Comportement du béton de chanvre en compression simple et cisaillement. Anglet, 27 au 29 Mai 2015. 33èmes Rencontres de l’AUGC, ISABTP/UPPA.
- [68] H. Bisariaa, M.K.Guptaa, P.Shandilyaa, and R.K.Srivastavaa. Effect of fibre length on mechanical properties of randomly oriented short jute fibre reinforced epoxy composite. In *Materialstoday : proceedings*, 2015.

-
- [69] M. Raska, B. Madsen, B. F. Sørensen, J. L. Fife, K. Martyniuk, and E. M. Lauridsen. In situ observations of microscale damage evolution in unidirectional natural fibre composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(10) :1639–1649, Octobre 2012.
- [70] M.-A. Berthet, N. Gontard, and H. Angellier-Coussy. Impact of fibre moisture content on the structure / mechanical properties relationships of phbv/wheat straw fibres biocomposites. *Composites Science and Technology*, 117 :386 – 391, 2015.
- [71] Composites plastiques renforcés de fibres. détermination des propriétés de flexion.
- [72] G. He, P. Liu, Q. Tan, and G. Jiang. Flexural and compressive mechanical behaviors of the porous titanium materials with entangled wire structure at different sintering conditions for load-bearing biomedical applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 28 :309–319, 2013.
- [73] Méthodes d’essais des ciments - partie 1 : détermination des résistances.
- [74] P. Glé. *Acoustique des Matériaux du Bâtiment à base de Fibres et Particules Végétales - Outils de Caractérisation, Modélisation et Optimisation*. PhD thesis, ENTPE - École Nationale des Travaux Publics de l’État, 2013.
- [75] J.F. Allard. *Propagation of sound in porous media*. Elsevier Applied Science publishers LTD, 1993.
- [76] H. Koruk and G. Genc. Investigation of the acoustic properties of bio luffa fiber and composite materials. *Materials letters*, 157 :166–168, October 2015.
- [77] V. Cerezo. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d’un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*. PhD thesis, MEGA, 2005.
- [78] M. T. Pelegrinis, K. V. Horoshenkov, and A. Burnett. An application of kozeny–carman flow resistivity model to predict the acoustical properties of polyester fibre. *Applied Acoustics*, 101 :1–4, January 2016.
- [79] M. J. Crocker. *Handbook of Noise and Vibration Control*. John Wiley & Sons, 2007.
- [80] S. Elfordy, F. Luca, F. Tancret, Y. Scudeller, and L. Goudet. Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete (“hemcrete”) manufactured by a projection process. *Construction and Building Materials*, 22(10) :2116–2123, October 2008.
-

- [81] A. Hao, H. Zhao, and J. Y. Chen. Kenaf/polypropylene nonwoven composites : The influence of manufacturing conditions on mechanical, thermal, and acoustical performance. *Composites : Part B*, 54 :44 – 51, 2013.
- [82] A. Glyk, D. Solle, T. Scheper, and S. Beutel. Optimization of peg–salt aqueous two-phase systems by design of experiments. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 149(Part A) :12–21, December 2015.
- [83] N. Lemonakis, A.-L. Skaltsounis, A. Tsarbopoulos, and E. Gikas. Optimization of parameters affecting signal intensity in an Itq-orbitrap in negative ion mode : A design of experiments approach. *Talanta*, 147 :402–409, 2015.
- [84] V. Hancoo, C. Poilâne, and J. Chen. Composite lin / époxy : optimisation par plan d’expériences. In *Comptes Rendus des JNC 17*, Poitiers, 2011.
- [85] J. Goupy and L. Creighton. *Introduction aux plans d’expériences*, volume 3. L’usine Nouvelle, 2006.
- [86] C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and P. Davies. Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. *Composites : Part A*, 43(8) :1226–1233, August 2012.
- [87] D. Michel. *Evaluation du potentiel fibreux et textile de la canne à sucre (Saccharum officinarum L.)*. PhD thesis, Université de Haute Alsace, 2014.
- [88] P. Cognard. Collage du bois. applications - produits de première transformation. *Techniques de l’Ingenieur*, Réf. : BM7636 V1, 2007.
- [89] Centre technique du bois et de l’ameublement. Panneaux de fibres. Technical report, CTBA, 2007.
- [90] Pôle éco construction Limousin. Panneau de fibre de bois. www.ecoconstruction-limousin.com.
- [91] Matériauthèque. Panneaux de fibres. http://www.le-bois.com/fiche_materiau/3panneaux_de_fibres.pdf.
- [92] M. Wolkesson. Evaluation of impedance tube methods -a two microphone in-situ method for road surfaces and the three microphone transfer function method for porous materials. Master’s thesis, Chalmers university of technology, 2013.

- [93] Acoustique – détermination du facteur d’absorption acoustique et de l’impédance des tubes d’impédance – partie 2 : Méthode de la fonction de transfert, 1998.
- [94] A. Younes. *Prise en compte des apports mécaniques du béton de chanvre pour le calcul de structure bois/béton de chanvre et métal/béton de chanvre*. PhD thesis, Université de Bretagne-Sud, 2017.
- [95] Brüel & Kjær, Denmark. *Product Data, Impedance Tube Kit (50 Hz – 6.4 kHz) Type 4206, Impedance Tube Kit (100 Hz – 3.2 kHz) Type 4206-A, Transmission Loss Tube Kit (50 Hz – 6.4 kHz) Type 4206-T*.
- [96] J.J Orteu. Mesure 3d de formes et de déformations par stéréovision. *Techniques de l’Ingenieur*, BM7015 V1, 2002.
- [97] Module d’young caoutchouc. <http://www.chevalier-cleret.fr/reunion/module-d-young-caoutchouc.html>, 2013.
- [98] G. Pampolini. *Les propriétés mécaniques des mousses polymériques à cellules ouvertes : expériences, modèle théorique et simulations numériques*. PhD thesis, Université de Provence, 2010.
- [99] D. Garcia. *Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréocorrélation d’images*. PhD thesis, Institut national polytechnique de Toulouse, 2001.
- [100] J. Wouts, G. Haugou, M. Oudjene, D. Coutellier, and H. Morvan. Strain rate effects on the compressive response of wood and energy absorption capabilities – part a : Experimental investigations. *Composite Structures*, 149 :315 – 328, 2016.
- [101] W. Li, K. Xu, H. Li, H. Jia, X. Liu, and J. Xie. Energy absorption and deformation mechanism of lotus-type porous coppers in perpendicular direction. *Journal of Materials Science & Technology*, 2017.
- [102] S-F. Fan, T. Zhang, K. Yu, H-J Fang, H.-Q Xiong, Y-L. Dai, J-J Ma, D-Y Jiang, and H-L. Zhu. Compressive properties and energy absorption characteristics of open-cell nickel foams. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 27 :117–124, 2017.
- [103] D. Guillon. *Étude des mécanismes d’absorption d’énergie lors de l’écrasement progressif de structures composites à base de fibre de carbone*. PhD thesis, Université de Toulouse, 2008.

- [104] H.-P. Lieurade J. Lu. Concentration de contraintes. *Techniques de l'Ingenieur*, 1998.
- [105] H. Dumontet. *Homogénéisation et effets de bords dans les matériaux composites*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie Paris 6, 1990.
- [106] Detrez. Résistance des matériaux. Technical report, Arts et métiers ParisTech, 2012.
- [107] M.K. Hossain, M.R. Chowdhury M.R. Karim and, M.A. Imam, M. Hosur, S. Jeelani, and R. Farag. Comparative mechanical and thermal study of chemically treated and untreated single sugarcane fiber bundle. *Industrial Crops and Products*, 58 :78–90, July 2014.
- [108] https://www.m-habitat.fr/sols-et-plafonds/plafonds/les-faux-plafonds-728_A.
- [109] Les experts Ooreka. Le guide du plafond. *Ooreka*.
- [110] Acoustique - Évaluation de l'isolement acoustique des immeubles et des éléments de construction - partie 1 : isolement aux bruits aériens, 2013.
- [111] Acoustique - mesurage de l'absorption acoustique en salle réverbérante, 2004.
- [112] Acoustique - absorbants pour l'utilisation dans les bâtiments - Évaluation de l'absorption acoustique, 1997.
- [113] Critères acoustiques pour les immeubles d'habitation, 2008.
- [114] http://www.zpag.net/Electroniques/Freg_Sonore.htm.
- [115] <http://www.futura-sciences.com/maison/definitions/maison-plaque-platre-10845/>.
- [116] Plaques de plâtre - définitions, exigences et méthodes d'essai.
- [117] Afnor certification and CSTB le futur en construction. Règles de certification marque nf plaques de plâtre. Technical report, NF 081, 2011.
- [118] Gypsotech std. Fiche technique plaques de parement en plâtre. Technical report, Gypsotech std, 2014.
- [119] Maison du Monde. Catalogue 2017 meubles & décoration, 2017.
- [120] Ikea place à la vie!, 2017.
- [121] <http://www.sicommin.com/fr>.

- [122] A. Bourmaud, C. Morvan, A. Bouali, V. Placet, P. Perre, and C. Baley. Relationships between micro-fibrillar angle, mechanical properties and biochemical composition of flax fibers. *Industrial Crops and Products*, 44 :343–351, 2013.
- [123] N. Dujardin. Un matériau biosourcé de choix : les fibres naturelles. caractérisation et applications. In *25 ème Journées Scientifiques de l'environnement. L'économie verte en question.*, 2014.
- [124] <http://www.bilans-thermiques.fr/economies/conductivite-thermique-materiaux>.

Table des figures

1	Étapes clés dans la mise en place de l'étude.	2
1.1	Schéma d'un tronçon de canne à sucre [21]	7
1.2	Schéma d'une coupe de canne à sucre	7
1.3	Évolution de la composition chimique de la canne avec l'âge [24]	8
1.4	Du champ de canne à sucre (a) aux tiges de canne à sucre (b) et à la bagasse (c)	9
1.5	Réaction entre le bisphénol A et l'épichlorhydrine : obtention du diglycidyléther (DGEBA) [33]	11
1.6	a) porosité ouverte b) porosité fermée c) porosité semi-ouverte [54]	13
1.7	Chênevotte (a) et bloc de béton de chanvre (b) [58]	14
1.8	Comportement de matériaux poreux en compression parallèle au sens de fabrication [53]	15
1.9	Courbe contrainte déformation d'un béton de chanvre en compression parallèle au sens de fabrication des travaux de Arnaud et Gourlay [66]	17
1.10	Évolution typique de la courbe contrainte déformation en compression perpendiculaire à la direction de fabrication de bétons de chanvre fabriqués à partir de deux formulations de chaux. Le comportement des éprouvettes de l'étude est comparé à celui d'un bloc de brique de chanvre du commerce (<i>Chanvribloc</i>) [67].	17
1.11	Courbes contrainte-déformation en flexion 3 points de matériaux en titane enchevêtrés avec divers taux de porosité [72]	20
1.12	Milieu poreux, adossé à une terminaison rigide, soumis à une onde acoustique plane se propageant en incidence normale dans la direction x [74].	21
2.1	Répartition des points expérimentaux dans un plan de Doehlert à deux facteurs [85].	28
2.2	Classes de fibres issues du tamisage et nomenclature.	30

2.3	Fibres de bagasse tamisées (a) B0 (b) B05 (c) B1 (d) B2 (e) B4 et (f) BE.	31
2.4	Proportions massiques des classes de fibres à différentes amplitudes et à (a) 3 et (b) 6 min.	32
2.5	Proportions massiques des classes de fibres à différents temps et amplitude fixée (a) 1 (b) 1,5 (c) 2 et (d) 2,5 mm.	33
2.6	Proportion en masse de la bagasse d'étude et bagasse en vrac, avant et après élimination des particules inférieures à 0,5 mm.	34
2.7	Adaptations proposées par le logiciel : rectangulaire (a) elliptique (b) et de Féret (c).	35
2.8	Caractérisation morphologique des fibres B1 par analyse d'images a) image d'origine b) image binarisée et c) adaptation elliptique.	36
2.9	Distribution géométrique des fibres de bagasse (BE) (a) longueur (b) diamètre (c) facteur de forme et (d) aire.	37
2.10	Géométrie moyenne en fonction de la taille de maille de tamis (a) diamètre et (b) facteur de forme.	38
2.11	Désorption des 4 classes de fibres à (a) 60 °C (b) 100 °C et (c) 120 °C.	40
2.12	Désorption aux températures 60 °C, 100 °C et 120°C des fibres B1 (a) et B2 (b).	40
2.13	Vitesse de désorption à 3 température B1.	41
2.14	Prise d'eau des classes de fibres B05, B1, B2 et B4 en immersion à 20°C.	43
2.15	Représentation graphique des coefficients normalisés par rapport la valeur au centre du domaine.	45
2.16	Surfaces de réponse du gain de masse d'eau : (a) B05, (b) B1, (c) B2 et (d) B4.	46
2.17	Masses volumiques des fibres de bagasse à une température de 23 °C et une humidité relative de 36%.	48
2.18	Masses volumiques des fibres de bagasse mesurées et calculées.	49
2.19	Masses volumiques des fibres de bagasse séchées à 100 °C.	49
2.20	Dessin d'assemblage du moule de compression bagasse châssis supérieur (a) et inférieur (b).	52
2.21	Schéma du moule avec les butées assurant une épaisseur de fabrication de 28 mm	53
2.22	Plaque composite bagasse/epoxy fabriquée par thermo-compression. Schéma indiquant les dimensions, la face A correspond au plan au contact avec le châssis supérieur du moule et la face B correspond à celle contre le fond du moule.	53

2.23	Vues suivant le plan (xy) de la structure des composites B05_47 (a), B05_62 (b), B1_40 (c), B1_45 (d), B1_70 (e), B2_47 (f) et B2_62 (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres	55
2.24	Vues suivant le plan (xz) de la structure des composites B05_47 (a), B05_62 (b), B1_40 (c), B1_45 (d), B1_70 (e), B2_47 (f) et B2_62 (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres	56
2.25	Mise en évidence des défauts d'hétérogénéité (zones riches en résine) sur la face d'un échantillon B05_47 d'épaisseur 3 mm (a) Recto : Défaut visible de faible surface (b) Verso : Accroissement de la surface du défaut de la face A et apparition de nouveaux défauts.	58
3.1	Schéma d'un tube à impédance à deux microphones décrivant les ondes incidente et réfléchie et les positions des microphones [92].	62
3.2	Dispositif expérimental dans lequel est placé un échantillon	63
3.3	Découpe des éprouvettes cylindriques de diamètre 98 mm et d'épaisseur 28 mm pour la caractérisation acoustique au tube à impédance. Axes de repérage du composite moulé.	64
3.4	Variabilité et influence de l'orientation des faces (A et B) sur l'absorption acoustique des matériaux B1_40 (a) et B1_70 (b).	65
3.5	Plages d'absorption en fonction du diamètre du tube à impédance [95].	66
3.6	Échantillons cylindriques pour la caractérisation acoustique au tube à impédance superposés pour une augmentation fictive de l'épaisseur.	67
3.7	Absorption acoustique de B1_40 d'épaisseur 56 mm dont les cylindres sont superposés suivant deux configurations (figure 3.8).	67
3.8	Deux dispositions de superposition d'échantillons provenant d'une même plaque composite	68
3.9	Influence du taux de fibres sur l'absorption en fonction de la fréquence sur la classe de fibres intermédiaire B1.	69
3.10	Influence du diamètre des fibres sur l'absorption sonore en fonction de la fréquence.	70
3.11	Essai de flexion 3 points réalisé au moyen d'une machine de traction et filmé avec le dispositif de stéréo-corrélation d'images.	71
3.12	Géométrie des éprouvettes de compression. Unités en mm. Deux directions de sollicitation en compression : parallèlement (a) et perpendiculairement (b) au plan de fabrication.	73

3.13	Courbes contrainte/déformation pour le matériau <i>B1_55</i> en compression plane. . .	74
3.14	Déformations calculée à partir du déplacement de la traverse ($\epsilon_z^{comp.}$) et mesurée ($\epsilon_{z_mes}^{comp.}$) par analyse d'images d'une éprouvette <i>B1_55</i> en compression plane. . .	75
3.15	Influence du taux de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation compression plane sur les composites renforcés par des fibres <i>B1</i>	77
3.16	Influence du diamètre des fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en compression plane des matériaux <i>B2_62</i> et <i>B05_62</i> (a) et <i>B2_47</i> et <i>B05_47</i>	78
3.17	Surfaces de réponses du module (a), de la limite élastique (b) et de l'énergie absorbée à 35% de déformation (c) de compression plane en fonction du diamètre des fibres (d) et du taux massique de fibre (M_f).	81
3.18	Eprouvette <i>B1_55</i> avant chargement (a) et à la contrainte maximale (b).	82
3.19	Champs des déformations d'une éprouvette <i>B1_55</i> sollicitée en compression plane dans la zone (I) linéaire ($\sigma_z^{comp.} = 0,59 MPa$) (a), à $\sigma_z^{yield} (= 1,1 MPa)$ (b) et dans la zone (III) de densification ($\sigma_z^{comp.} = 2,4 MPa$) (c) de la courbe contrainte/déformation.	84
3.20	Courbes contrainte/déformation en compression hors plan du matériau <i>B1_55</i> . . .	86
3.21	Déformations théorique et mesurée par analyse d'images d'une éprouvette <i>B1_55</i> en compression hors plan.	86
3.22	Influence du taux de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation compression plan. Points de référence pour l'analyse des champs de déformation par corrélation d'images.	87
3.23	Influence du diamètre de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en compression hors plan des matériaux <i>B2_62</i> et <i>B05_62</i> (a) et <i>B2_47</i> et <i>B05_47</i> (b).	88
3.24	Surfaces de réponses du module (a) et de la contrainte (b) en compression hors plan en fonction du diamètre des fibres (d) et du taux massique de fibre (M_f). . .	90
3.25	Faciès de rupture en compression hors plan d'une éprouvette <i>B1_55</i> . Fissures orientées du bas vers le haut à 45°.	91

3.26	Champs des déformations d'une éprouvette <i>B1_55</i> en compression hors plan correspondant au comportement élastique (à 0,71 MPa) (a), à la contrainte maximale (à 2,77 MPa) (b), dans la zone de stabilisation (à 2,38 MPa) (c) et à la fin de l'essai (à 2,08 MPa) (d) de la courbe contrainte/déformation, figure 3.22. Mise en évidence d'une zone peu déformée au cours de l'essai.	92
3.27	Champs des déformations en cisaillement d'une éprouvette <i>B1_55</i> chargée en compression hors plan dans la zone linéaire (à 0,71 MPa) (a), à la contrainte maximale (à 2,77 MPa) (b), dans la zone de stabilisation (à 2,38 MPa) (c) et à la fin de l'essai (à 2,08 MPa) (d) de la courbe contrainte/déformation, figure 3.22.	94
3.28	Degré d'anisotropie calculés à partir des valeurs de module et contrainte.	96
3.29	Géométrie des plaques composites moulées et contour des éprouvettes de flexion. Notations et repérage. Unités en mm.	96
3.30	Géométrie des éprouvettes et position des appuis en flexion 3 (a) et 4 points (b).	97
3.31	Trois facteurs de forme obtenus en faisant varier l'épaisseur et la distance entre appuis inférieurs.	98
3.32	Influence du facteur de forme le module (a) sur la contrainte et la déformation maximale (b) issus des essais de flexion 3 points d'une éprouvette <i>B05_62</i>	99
3.33	Courbes typiques force/déplacement du matériau <i>B1_55</i> en flexion 3 (a) et 4 points (b).	100
3.34	Déformations théoriques calculées et mesurées par corrélation d'images au centre d'une éprouvette <i>B1_55</i> sur l'intrados et l'extrados en flexion 3 (a) et 4 points (b).	102
3.35	Influence du taux de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en flexion 3 points (a) et 4 points (b).	102
3.36	Influence du diamètre de fibres sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation en flexion 3 points (a et c) et en 4 points (b et d) des matériaux <i>B2_62</i> et <i>B05_62</i> , <i>B2_47</i> et <i>B05_47</i>	104
3.37	Comparaison des modules élastiques des matériaux en flexion 3 et 4 points.	105
3.38	Surfaces de réponses des modules de flexion en 3 points (a) et en 4 points (b) en fonction du diamètre de fibres <i>d</i> et de M_f	107
3.39	Comparaison des contraintes maximales de flexion 3 et 4 points.	108
3.40	Surfaces de réponses des contraintes de flexion en 3 points (a) et en 4 points (b) en fonction du diamètre de fibres <i>d</i> et de M_f	109

3.41	Trois modes de rupture typiques en flexion : initiation sur l'extrados des éprouvettes et propagation centrale en flexion 3 (a) et 4 points (b) et excentrée (c) sur les éprouvettes <i>B05_47</i> , <i>B1_40</i> et <i>B05_62</i>	111
3.42	Déformations normale ($\epsilon_{y_{mes}}^{3pts}$) (a) et en cisaillement (γ_{yz}^{3pts}) (b) d'une éprouvette <i>B1_40</i> pour une flèche de 2,5 mm en flexion 3 points.	112
3.43	Champs de déformation normale en flexion 3 points à 1 MPa des composites <i>B05_47</i> (a), <i>B05_62</i> (b), <i>B1_40</i> (c), <i>B1_45</i> (d), <i>B1_70</i> (e), <i>B2_47</i> (f) et <i>B2_62</i> (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres	114
3.44	Champs de déformation normale en flexion 4 points à 1 MPa des composites <i>B05_47</i> (a), <i>B05_62</i> (b), <i>B1_40</i> (c), <i>B1_45</i> (d), <i>B1_70</i> (e), <i>B2_47</i> (f) et <i>B2_62</i> (g), en fonction du taux massique M_f et diamètre d des fibres	115
3.45	Évolution des déformations normales dans l'épaisseur des matériaux <i>B05_47</i> (a), <i>B05_62</i> (b), <i>B1_40</i> (c), <i>B1_55</i> (d), <i>B1_70</i> (e), <i>B2_47</i> (f) et <i>B2_62</i> (g) à une contrainte moyenne de 1 MPa en flexion 3 points, superposée avec le modèle analytique correspondant.	118
3.46	Évolution des déformations normales dans l'épaisseur des matériaux <i>B05_47</i> (a), <i>B05_62</i> (b), <i>B1_40</i> (c), <i>B1_55</i> (d), <i>B1_70</i> (e), <i>B2_47</i> (f) et <i>B2_62</i> (g) à une contrainte moyenne de 3 MPa en flexion 3 points, superposée avec les modèles analytique et par éléments finis correspondant.	119
3.47	Évolution des déformations normales dans l'épaisseur des matériaux <i>B05_47</i> (a), <i>B05_62</i> (b), <i>B1_40</i> (c), <i>B1_55</i> (d), <i>B1_70</i> (e), <i>B2_47</i> (f) et <i>B2_62</i> (g) à une contrainte moyenne de 3 MPa en flexion 4 points, superposée avec les modèles analytique et par éléments finis correspondant.	120
3.48	Déformations normales estimées par un modèle éléments finis à une flèche de 3 mm en flexion 3 points.	122
3.49	Déformations normales estimées par un modèle éléments finis à une flèche de 3 mm en flexion 4 points.	122
3.50	Cartographie des déformations normales expérimentales du matériau <i>B1_45</i> à une flèche de 3 mm en flexion 3 points.	123
3.51	Cartographie des déformations normales expérimentales du matériau <i>B1_45</i> à une flèche de 3 mm en flexion 4 points.	123
3.52	Déformations normales maximales mesurées, par corrélation d'images, localement dans la zone d'initiation de la rupture en flexion 3 points.	124

4.1	Plage de fréquences audibles par l'homme. Mise en évidence de la plage de fréquence comprenant les pics d'absorption des matériaux étudiés.	128
4.2	Absorption acoustique minimale et maximale dans l'intervalle 350-1000 Hz en fonction des valeurs minimales et maximales de module calculées en compression plane ($E_z^{comp.}$) (a) et hors plan ($E_y^{comp.}$) (b).	129
4.3	Absorption acoustique minimale et maximale dans l'intervalle 350-1000 Hz en fonction des valeurs minimales et maximales de module de flexion (E_y^{4pts}) (a) et de contrainte maximale (σ_y^{3pts}) (b).	130
4.4	Faux plafond suspendu composé de panneaux de bois.	132
4.5	Surfaces de réponses et courbes de niveau de l'absorption moyenne (a-c) et de la contrainte maximale de flexion 3 points (b-d).	137
4.6	Dimensions d'une table six personnes d'une salle à manger [119].	138
1	Méthode des plaques chaudes gardées. Dispositif expérimental.	172
2	Répartition de la chaleur sur une plaque composite	172
3	Evaluation des pertes de chaleur dans les directions orthogonales du flux	172
4	Surface de réponse (a) et courbes de niveaux (b) de la conductivité thermique. . .	174

Liste des tableaux

1.1	Comparatif des modules, coûts et énergies de fabrication des fibres verre, de carbone et de lin [19, 20]	6
1.2	Calendrier de la culture de la canne à sucre	8
1.3	Quelques valeurs de masse volumique dans la littérature	10
1.4	Densité obtenue par pycnométrie au kérosène [26]	10
1.5	Propriétés des résines époxydes bios [47, 48, 49, 50, 51]	12
1.6	Classification des pores en fonction de leur taille [55]	13
1.7	Récapitulatif des propriétés mécaniques et acoustiques matériaux à fibres végétales référencés dans la littérature.	24
2.1	Nombre de tests et valeurs réduites des facteurs dans un plan de Doehlert à deux facteurs.	29
2.2	Proportions massiques des classes de fibres et écart-types entre parenthèses en fonction de la durée et de l'amplitude de tamisage.	32
2.3	Proportions massiques des classes de fibres et écart-types entre parenthèses. Quantité de matière disponible pour l'étude.	33
2.4	Sur-estimation et sous-estimation des dimensions des fibres selon une méthode d'analyse d'images dans le plan. Coefficient de variation (COV) entre parenthèses.	35
2.5	Paramètres statistiques des lois normale et log-normale des distributions géométriques de la bagasse.	37
2.6	Domaine expérimental des valeurs codées et physiques des facteurs étudiés : température et humidité relative.	44
2.7	Taux de reprise et écart type entre parenthèses des fibres de bagasse en fonction de l'humidité et de la température.	44
2.8	Coefficients des polynômes de réponse du modèle.	45

2.9	Masses volumiques et écart-types entre parenthèses des classes de fibres de bagasse mesurées par pycnométrie à hélium.	48
2.10	Domaine expérimental des facteurs de l'étude. Valeurs physiques et codées.	51
2.11	Domaine expérimental des valeurs codées et physiques du taux massique de résine, du diamètre et de la classe de fibres associée.	51
2.12	Taux volumiques de fibres et porosité et masses volumiques calculés sur cinq séries de matériaux. COV entre parenthèses.	54
2.13	Propriétés moyennes et écart-types entre parenthèses de la bagasse par classe de fibres	58
3.1	Coefficients d'absorption acoustique minimale et maximale sur l'intervalle [350 - 1000] Hz et diamètres moyens des pores mesurés par analyse d'images. COV entre parenthèses.	69
3.2	Modules, contraintes et déformations maximales, énergie dissipée à 35% de la déformation obtenus à partir des essais de compression. COV entre parenthèses.	76
3.3	Valeurs des coefficients des polynômes réponses des module, limite élastique et énergie absorbée 35% de déformation en compression plane.	79
3.4	Valeurs des coefficients des polynômes réponses des module et contrainte maximale en compression hors plan.	88
3.5	Propriétés de flexion 3 points du matériau <i>B05_62</i> en fonction des facteurs de forme (δ/h) 3,6 ; 8,6 et 16.	98
3.6	Modules, contraintes et déformations maximales obtenus à partir de essais de flexion. Description de la forme de la fissure. COV entre parenthèses.	103
3.7	Valeurs des coefficients des polynômes réponses des modules en flexion 3 et 4 points.	105
3.8	Valeurs des coefficients des polynômes réponses des contraintes maximales en flexion 3 et 4 points.	108
3.9	Différences des pentes en pourcentage entre le modèle analytique et les déformations mesurées dans l'épaisseur des éprouvettes fléchies en 3 points à 3 MPa, sur l'intervalle $-0,17 < z/h < 0,17$. COV entre parenthèses.	121
3.10	Déformations maximales moyennes calculées et localisées dans la zone d'initiation de la rupture en flexion 3 points. COV entre parenthèses.	123
4.1	Plages de fréquences de la voix humaine parlée [114]	133

4.2	Absorptions acoustique mesurées au tube à impédance sur une épaisseur de 56 mm des matériaux de l'étude aux fréquences de 150 Hz, 200 Hz, 300 Hz et 450 Hz. α_{moy} est l'absorption acoustique moyenne arithmétique calculée sur ces quatre fréquences.	133
4.3	Comparaison des caractéristiques techniques d'une plaque de plâtre certifiée <i>NF</i> (STD BA 18) et du composite bagasse époxy <i>B1_70</i> [118].	135
1	Distribution en longueur, diamètre, facteur de forme et aire des fibres de classes <i>B05</i> , <i>B1</i> , <i>B2</i> et <i>B4</i>	170
2	Conductivité thermique des sept matériaux de l'étude et COV entre parenthèses.	173

Annexe 1 : Morphologie des fibres

Si les distributions en longueur, largeur, facteur de forme et aire de la bagasse totale peuvent être approchées par une loi log-normale, le tableau 1 montre que ces distributions se retrouvent au sein des classes.

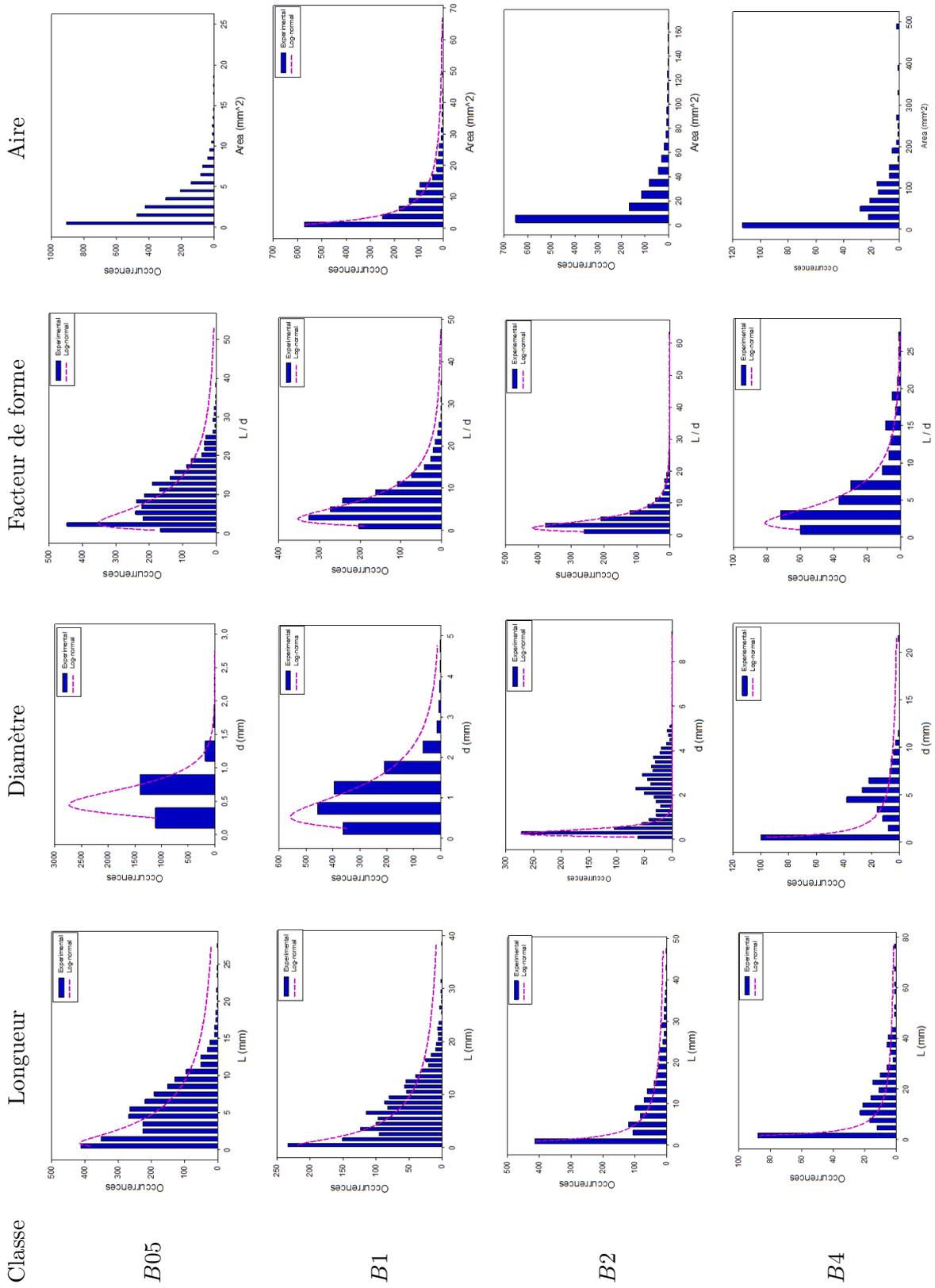


TABLEAU 1 – Distribution en longueur, diamètre, facteur de forme et aire des fibres de classes B05, B1, B2 et B4

Annexe 2 : Caractérisation thermique des composites poreux bagasse/époxy

La caractérisation acoustique de matériaux poreux est souvent associée à la caractérisation des propriétés thermiques, notamment par l'évaluation de la conductivité thermique λ . Dans cette étude, la conductivité thermique des plaques composites bagasse/époxy a été caractérisée par la méthode des plaques chaudes gardées. Cette méthode, non destructive, consiste à mesurer une différence de température aux surfaces du matériau puis à en déduire la conductivité thermique par l'équation 1 dans laquelle ϕ est le flux thermique, ΔT la différence de température entre les deux faces de la plaque, h et S sont respectivement l'épaisseur et la surface de la plaque. A ce titre, le matériau est pris en sandwich entre deux plaques en aluminium de fine épaisseur, 2 mm, dont l'une est chauffée par une résistance thermique et l'autre est au contact de l'air comme illustré dans la figure 1. L'aluminium permet de diffuser un flux de chaleur uniforme sur l'ensemble du matériau.

$$\Lambda = \frac{h\phi}{\Delta TS} \quad (1)$$

D'ailleurs la photo prise par une caméra thermique dans la figure 2 justifie l'uniformité de la chaleur sur la surface en contact avec la source. De plus, les thermo-couples situés aux surfaces du matériau permettent de mesurer la température réelle. La différence de température entre la surface chaude du composite et celle à la température ambiante est calculée. Afin de minimiser les pertes de chaleur dans les directions orthogonales de celle du flux, le dispositif est enfermé dans un caisson isolant en poly-uréthane. Ainsi, l'écoulement du flux est favorisé dans une seule direction. En effet, la photo de la figure 3 prise par une caméra thermique justifie une diffusion unidirectionnelle du flux thermique dans le dispositif, avec une perte de moins de 1 °C dans les autres directions.

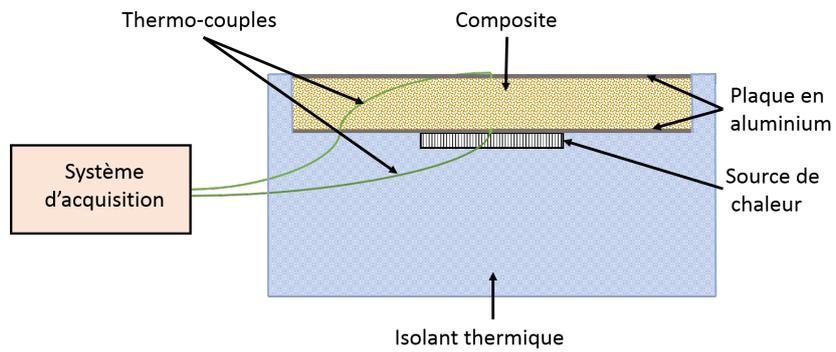


FIGURE 1 – Méthode des plaques chaudes gardées. Dispositif expérimental.

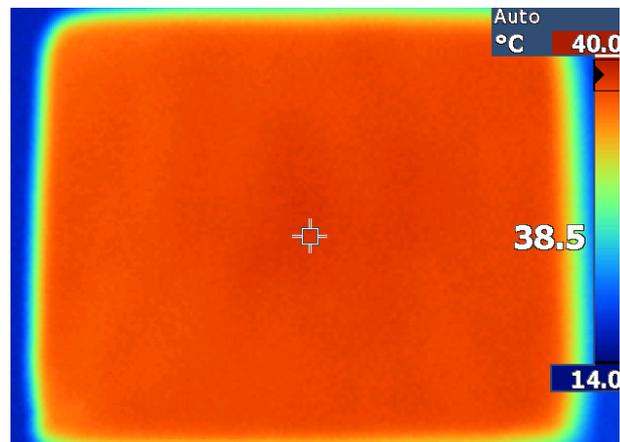


FIGURE 2 – Répartition de la chaleur sur une plaque composite

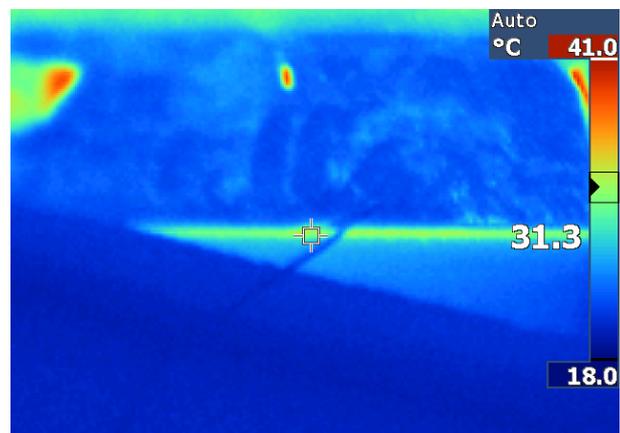


FIGURE 3 – Evaluation des pertes de chaleur dans les directions orthogonales du flux

Matériau	Λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
B05_47	0,108 (4,6%)
B05_62	0,108 (2,7%)
B1_40	0,105 (0,0%)
B1_55	0,109 (1,8%)
B1_70	0,109 (3,7%)
B2_47	0,109 (1,8%)
B2_62	0,109 (5,5%)

TABLEAU 2 – Conductivité thermique des sept matériaux de l'étude et COV entre parenthèses.

La caractérisation de la conductivité thermique des sept matériaux de l'étude (tableau 2.11) est déterminée sur des plaques de 320 mm de longueur, 270 mm de largeur et 28 mm d'épaisseur. Les essais sont répétés trois fois. L'expérience consiste à chauffer l'une des faces du matériau à une puissance de 6,3 W, pendant une période suffisamment longue, 24 heures, pour l'équilibre thermique soit atteint. La température maximale de chauffe est fixée à 50 °C de telle sorte à ne pas dégrader le composite. Les valeurs moyennes de conductivité thermique obtenues sont données dans le tableau 2. La conductivité thermique est globalement constante suivant les différents matériaux. Sachant que la conductivité thermique représente la quantité de chaleur pouvant être transférée dans un matériau en un temps donné, plus la valeur Λ est petite ; plus le matériau est isolant. Avec une valeur moyenne autour de 0,108 $W.m^{-1}.K^{-1}$, les composites bagasse/époxy ont une conductivité thermique proche de celle des panneaux de particules de bois pressés ou de liège comprimé. Ils sont de meilleurs isolants thermiques que le béton cellulaire (0,22 $W.m^{-1}.K^{-1}$) ou le plâtre (0,35 $W.m^{-1}.K^{-1}$) [124]. De plus, la faible variabilité des essais ($COV \leq 5,5\%$) indique que les essais sont répétables.

La surface de réponse et les courbes de niveaux de la conductivité thermique, calculés à partir du polynôme de réponse (2) sont tracés dans la figure 4. On constate que la conductivité est maximisée, dans le domaine d'étude, lorsque le taux massique de fibre est élevé et les diamètres supérieurs à 1,5 mm.

$$Y_{11} = 0,11 - 0,0025x_1 - 0,0009x_2 + 0,0010x_{11} + 0,0027x_{22} - 0,0017x_{12} \quad (2)$$

Ainsi, cette analyse a montré que les matériaux étudiés peuvent être utilisés comme des isolants thermiques.

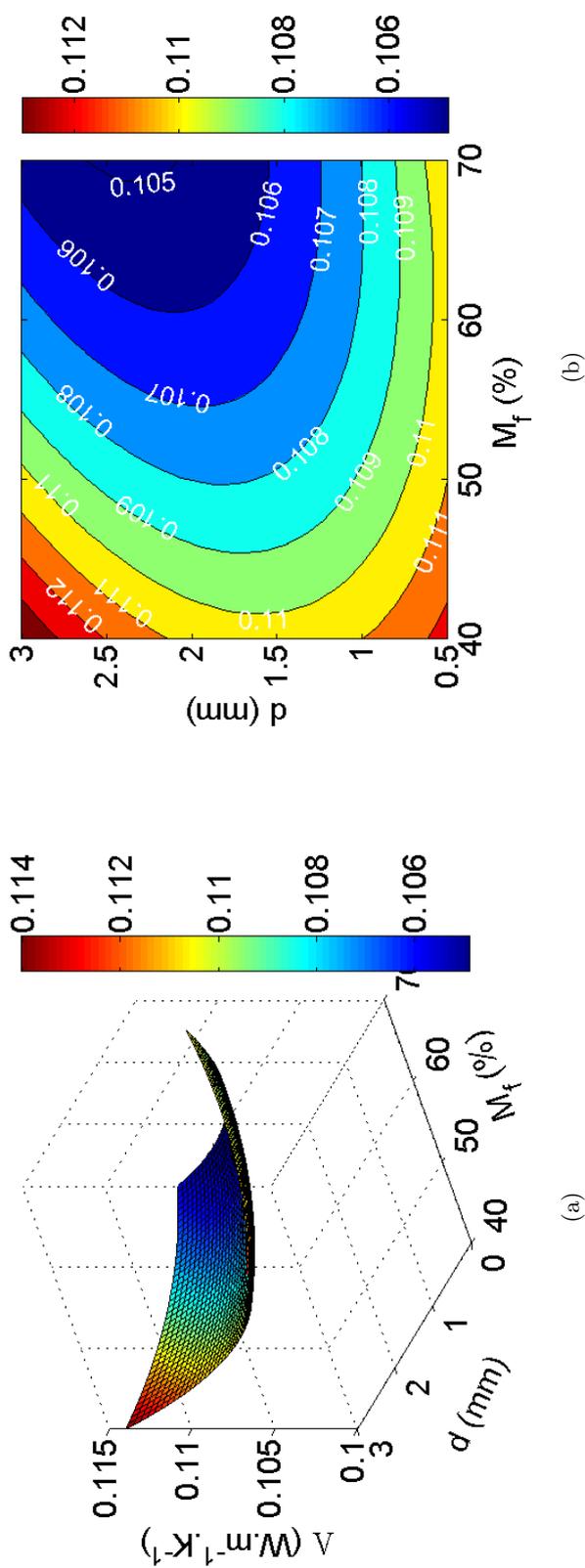


FIGURE 4 – Surface de réponse (a) et courbes de niveaux (b) de la conductivité thermique.

Résumé :

Pour des raisons de confort, les constructions modernes exigent des matériaux isolants acoustiques et thermiques, offrant de bonnes performances mécaniques. Dans ce cadre, la valorisation des fibres végétales issues de l'industrie agro-alimentaire, présente des avantages économiques et environnementaux. Aussi, l'étude présentée a pour objectif le développement d'un agro-composite multifonctionnel renforcés par des fibres de canne à sucre, alliant de bonnes propriétés acoustiques et mécaniques. Les renforts étudiés présentent des distributions morphologiques pouvant être approchées par une loi log-normale plus étalée pour les diamètres que les longueurs de fibres. De plus, leur comportement hygroscopique révèle une forte capacité de reprise en eau (23%) en fonction de l'humidité relative et de la température, même si la masse volumique reste constante, malgré l'hétérogénéité des fibres. Les composites thermo-comprimés avec une matrice époxy, ont été caractérisés à l'aide d'un plan d'expériences ayant pour paramètres le diamètre des fibres compris entre 0,5 et 4 mm et leur taux massique entre 40 et 70%. Les matériaux fabriqués sont isotropes dans le plan de fabrication. L'étude de leurs propriétés acoustiques a montré que l'absorption sonore augmente avec le diamètre des fibres, tout en diminuant avec leur proportion massique, sur une gamme de fréquences comprises entre 500 et 1000 Hz. La caractérisation mécanique par des essais de flexion a montré un comportement fragile, avec des écarts de raideur et de résistance de l'ordre de 30%. En flexion, les matériaux dont le diamètre et le taux massique de fibres sont élevés ont les propriétés mécaniques optimales. De plus, l'analyse par stéréo-corrélation d'images a révélé un gradient de déformations non linéaire dans l'épaisseur de l'éprouvette, dû à l'hétérogénéité du matériau. Cette analyse a permis de montrer qu'une localisation des déformations normales conduit à la rupture de l'éprouvette. Par ailleurs, les essais de compression ont confirmé l'anisotropie des matériaux et révélé que les propriétés optimales sont obtenues pour des matériaux dont le taux massique de fibres se situe autour de 55% avec les fibres les plus fines. Enfin, une méthodologie de dimensionnement a été proposée afin de trouver un compromis entre les propriétés mécaniques et acoustiques.

Mots-clés : Bagasse, Bio-composite poreux, Matériaux absorbants, Propriétés mécaniques, Stéréo-corrélation

Abstract:

For reasons of comfort, modern constructions require acoustic and thermal insulating materials, offering good mechanical performances. In this context, the valorisation of plant fibres from the agro-food industry presents economic and environmental benefits. Thus, the aim of the present study is to develop a multifunctional sugarcane fibres reinforced epoxy porous composite combining good acoustic and mechanical properties. The study of the bagasse fibres geometry has shown that fibres' length and diameter distribution can be fitted by lognormal laws. Composites manufactured by thermos-compression process with an epoxy matrix were characterized using an experimental design whose parameters were the diameter of the fibres (between 0.5 and 4 mm) and their mass ratio (between 40 and 70%). The study of acoustic properties showed that the sound absorption increases with the diameter of the fibres, while decreasing with their mass proportion, over a frequency range between 500 and 1000 Hz. Mechanical characterisation by bending tests, has showed a fragile behaviour, with deviations of stiffness and maximum stress around 36%. The stereo-correlation image analysis confirmed the heterogeneity of the strain fields throughout the thickness, in relation to the fracture observation.

Keywords: Bagasse, Poursous bio-composite, Sound absorption, Mechanical properties, Stereo-digital image correlation

The logo for SPIM (École doctorale SPIM) features the letters 'S', 'P', 'I', and 'M' in a large, white, sans-serif font. The 'S' is stylized with a thick, orange horizontal bar extending to the left, partially overlapping the letter.