

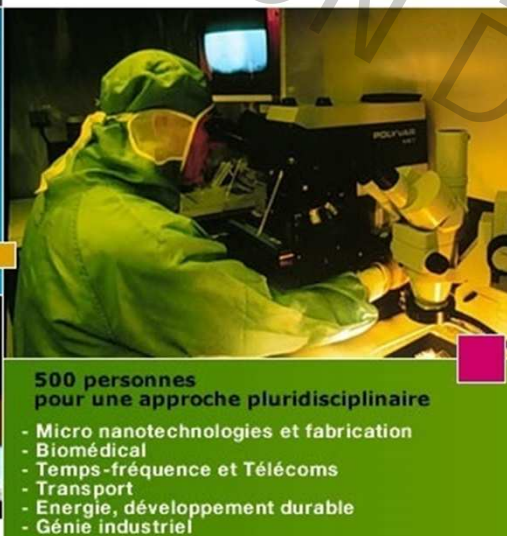


Fibre végétale isolée, microstructure, caractérisation expérimentale, et modélisation

(Enjeux), résultats, précautions, difficultés

Vincent PLACET

vincent.placet@univ-fcomte.fr



Institut FEMTO-ST-

Département Mécanique Appliquée-

Université de Franche-Comté, **Besançon**



■ Joint Research Unit

- ♦ National Center of Scientific Research (CNRS)
- ♦ University of Franche-Comté (UFC)
- ♦ National School of Mechanical Engineering and Microtechnology (ENSMM)
- ♦ University of Technology Belfort-Montbéliard (UTBM)



■ 7 research departments

- ♦ Applied Mechanics
- ♦ Optics
- ♦ Energy
- ♦ Automatic Control and Micro-Mechatronic Systems
- ♦ Micro Nano Sciences and Systems
- ♦ Time and Frequency
- ♦ Computer Science

■ 1 microfabrication technology centre

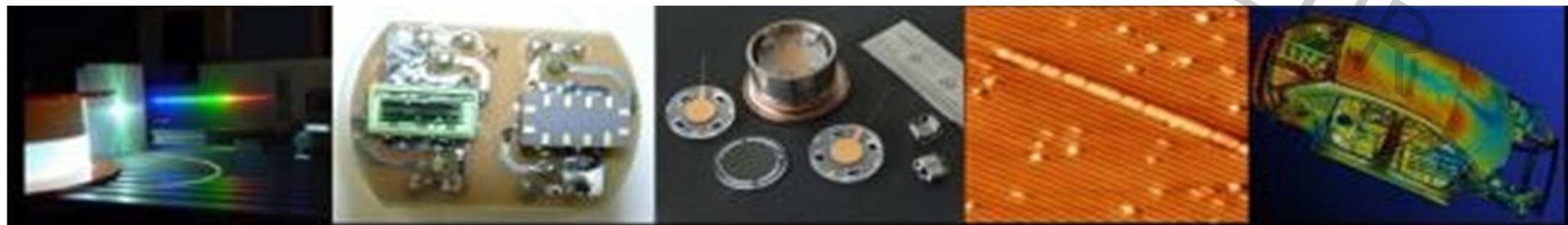
MIMENTO

■ 650 peoples

- ♦ 225 researchers, professors and assistant professors
- ♦ 150 engineers, technicians and administrative staff
- ♦ 275 PhD students

■ Application fields

MATERIALS
STRUCTURES
ENERGY



“Research team”

Damage tolerance and durability of (bio)composites

Resp. Lamine BOUBAKAR

■ **Objectives**

Contribute to the development of innovative **composite solutions** for the **weight reduction of the structures** in high-technology sectors (aeronautic, automotive...)

Multiscale characterizatn and modelling of composite behaviour and damage under mechanical and environmental loadings

■ **Materials**

Organic Matrix Composite (OMC)
Thermosetting & Thermoplastic matrix
Glass, carbon and natural fibres

■ **Staff**

- ♦ 1 Professor
- ♦ 4 Associate Professors
- ♦ 2 Research engineers
- ♦ 6 PhD students

■ **Industrial partnership**

ALSTOM Transport
EUROCOPTER
FAURECIA
THALES-US
ONERA
SNECMA

■ **Collaborations**

National

ICB, ICMUB Dijon, IMFS Strasbourg, LGMP Ecole Centrale Paris, LimatB...

International

Northwestern Polytechnical University (China), Universidade Federal de Rio & Uberlândia (Brésil), University of Craiova (Roumanie), Ecole Normale d'Enseignement Technique (Algérie)...

■ **Key words**

(Bio)Composites – Multiaxial fatigue- Multi-scale characterisation and modelling – Reliability

DEPARTEMENT MECANIQUE APPLIQUEE

■ **Lamine BOUBAKAR**

Pr. UFC



■ **Frédérique TRIVAUDEY**

MCF, ENSMM



■ **Violaine GUICHERET-RETEL**

MCF, ENSMM



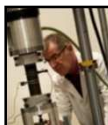
■ **Ousseynou CISSE**

Doctorant



■ **Camille GARCIN**

IE, CNRS



■ **Eric JOSEPH**

IR, CNRS



■ **Jean-Marc COTE**

IE, ENSMM



DEPARTEMENT OPTIQUE

■ **Roland SALUT**

IE, CNRS, MIMENTO (Centrale de microtechnologie)

FEMTO-ST



■ **Luc FROEHLI**

CR, CNRS, Département Optique FEMTO-ST



Collaborations

■ **Patrick PERRE**

Pr. ECP



■ **Anis BOUALI**

MCF, ENSTIB



SOMMAIRE

- **Fibres libériennes et caractérisation mécanique**
- **Morphologie**
 - Section utile
 - Fibre unitaire vs. faisceau de fibres
 - Influence de la morphologie sur les propriétés mécaniques
- **Comportement thermo-hygro-mécanique**
- **Non-linéarité du comportement en traction**

Les fibres issues de la tige de chanvre



Source www.chanvre.oxatis.com

Tige

diamètre 10 à 30 mm



Épiderme

Fibres primaires

Fibres secondaires

Zone cambiale

Xylème

■ **Phloème :**

Faisceaux de fibres

- ♦ primaires
- ♦ secondaires



■ **Xylème secondaire :**

Chènevotte



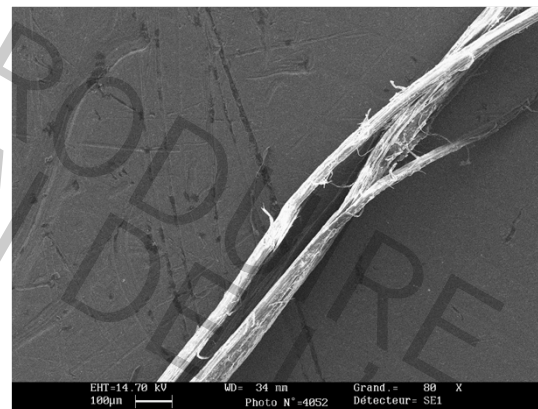
Les fibres libériennes de chanvre



Défilage :
séparation des fibres
techniques du reste de la tige



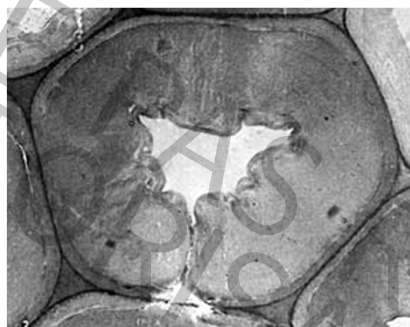
Fibre technique = Faisceau de fibres
quelques dizaines de fibres unitaires
diamètre 100 à 200 μm



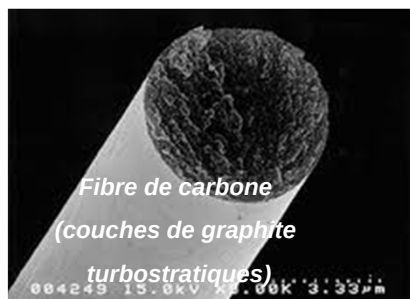
Fibre unitaire
diamètre 5-40 μm
longueur: 10-20 mm

Une morphologie irrégulière et non-uniforme

**Sensibilité
température
/humidité**



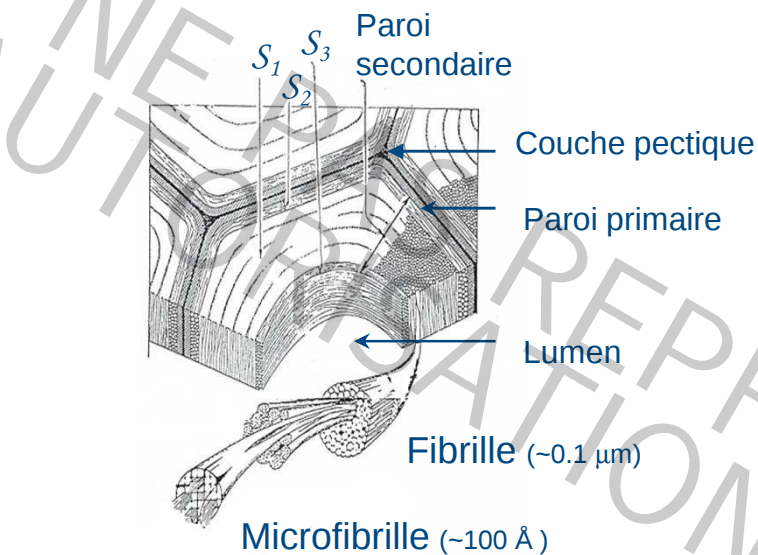
Fibre végétale



**Table 1. Photomicrographs of fiber cross-sections
at $\times 50$ and $\times 200$ respectively.**

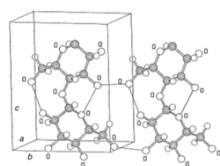
Fiber	$\times 50$	$\times 200$
Abaca		
Coir		
Flax		
Sisal		
Jute		
Kenaf		
Hemp		

Une structure complexe et hiérarchisée

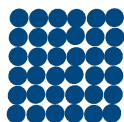


Composants principaux de la paroi :

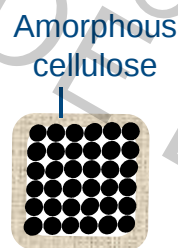
- Cellulose semi-cristalline
- Hémicellulose amorphe
- Lignine amorphe



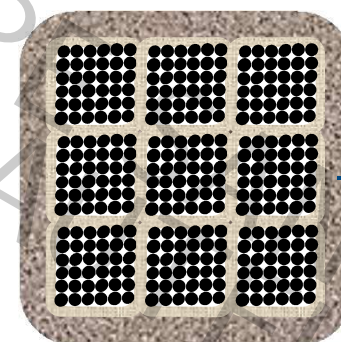
Monoclinic unit cell of crystalline cellulose
(~ 7.9 x 10.4 x 8 Å)



Cellulose cristallite
(Around 6x6 unit cells
Lateral thickness 2-5 nm)



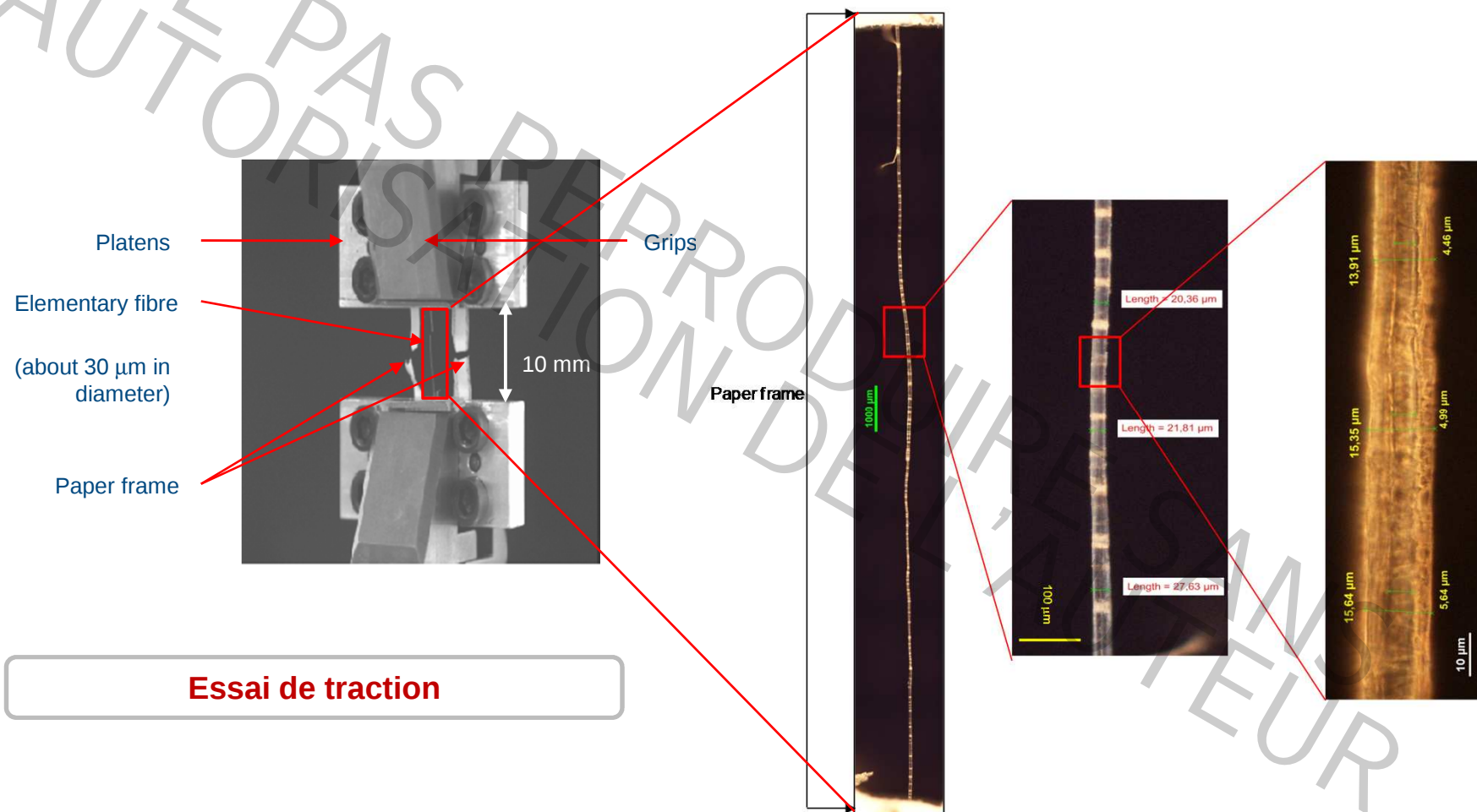
Cristalline and amorphous cellulose



Cellulose microfibril covered with a matrix of hemicelluloses and lignins
(Lateral thickness 20-30 nm)

— Lignin + hemicelluloses

Caractérisation mécanique : Quel(s) essai(s)?



Dispositifs expérimentaux – traction sur fibre unitaire

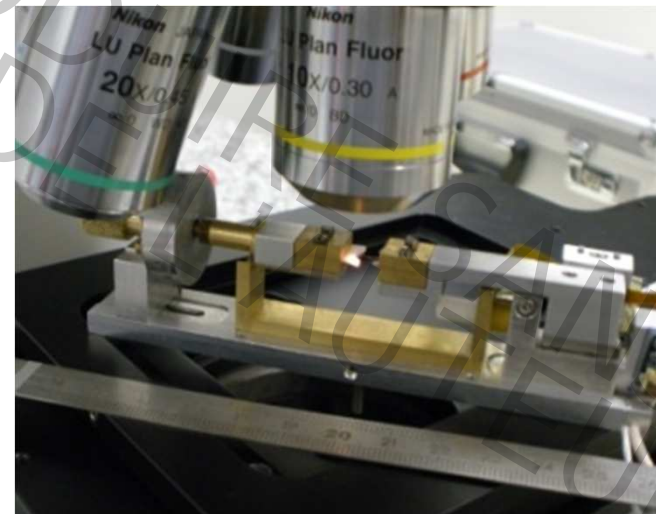
■ DMA Bose Electroforce:

- ♦ High Resolution : $0.5 \mu\text{m}$ / 1 mN
- ♦ chambre environnementale ($T^{\circ}\text{C}$, HR%)
- ♦ fréquence : QS-200 Hz



■ Platine de microtraction « maison »

- ♦ Résolution : $0.5 \mu\text{m}$ / 2 mN
- ♦ chambre environnementale (HR%)
- ♦ Observation / mesure in situ (MO, DRX)



Morphologie

- Section utile
- Fibre unitaire vs. faisceau de fibres
- Influence de la morphologie sur les propriétés mécaniques

Section utile

Forme irrégulière, non-uniforme, présence d'un vide cellulaire (lumen) de forme et taille variable

Section parfaitement cylindrique et constante le long de la fibre



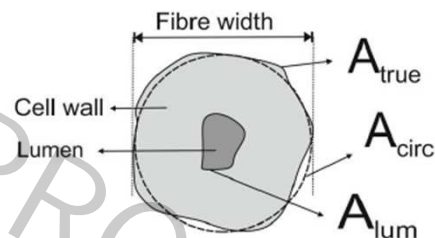
Difficultés expérimentales pour déterminer la forme et les dimensions du vide cellulaire sur des fibres unitaires (besoins de méthodes non-destructives et non-invasives)

Approximation (sous-estimation) de la section utile de la fibre

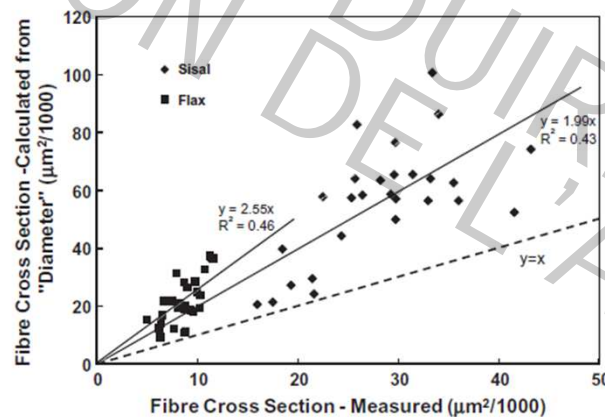
Section utile

Sous-estimation des propriétés mécaniques

- Aslan et al., JMS, 2011 (Lin)



- Thomason et al., CSTE, 2011



-60% sur rigidité et résistance (lin et sisal)

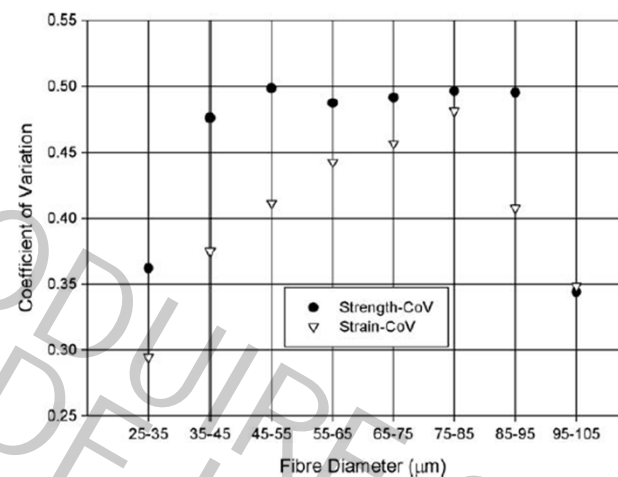
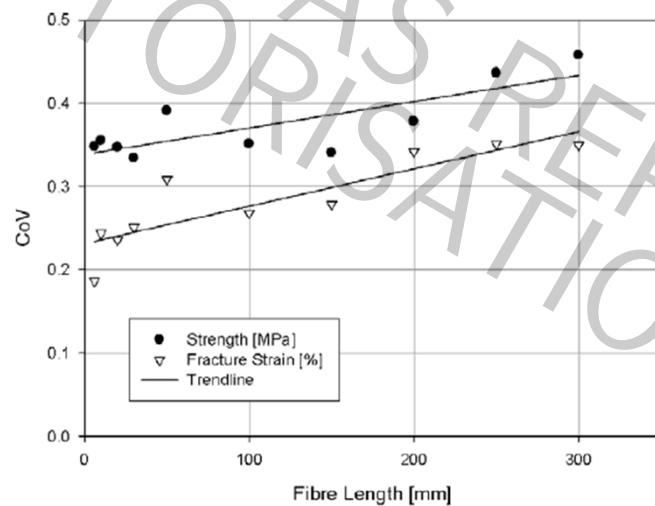
- Virk, PhD thesis, 2010

-42% (jute)

Section utile

Dispersion des propriétés mécaniques

Virk et al., CSTE, 2010



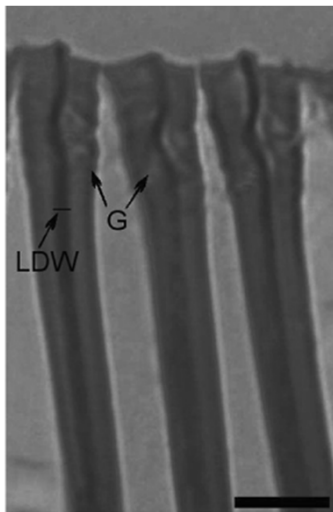
Chanvre

HR = 80%	E (GPa)	UTS (MPa)	ϵ_R (%)
Mean (+/-SD)	23 ±13.5	650 ±460	2.65 ±0.7
Min...Max	5...72.5	115...2115	1.25...4.75
CoV	0.6	0.7	0.25

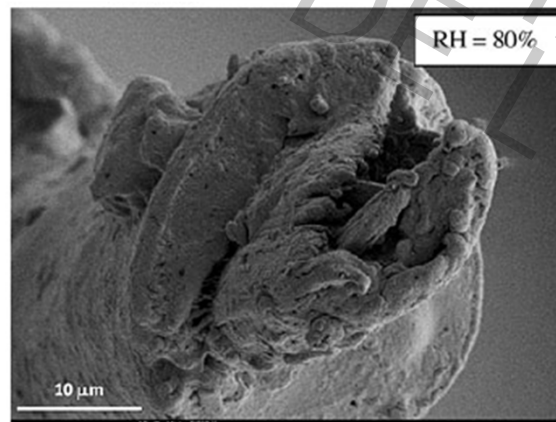
Techniques expérimentales : observation de la section

- Enrobage + coupe microtome + MO
- Observation faciès rupture
- Microtomographie rayons X

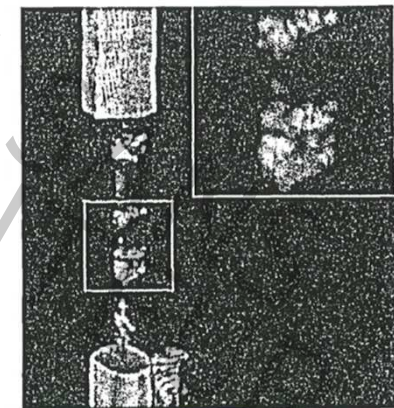
Clair et al. 2005 (bois de tension Peuplier)



Placet et al. 2012 (faciès de rupture)



Charlet et al. 2010 (µtomographie X, fibre de lin)

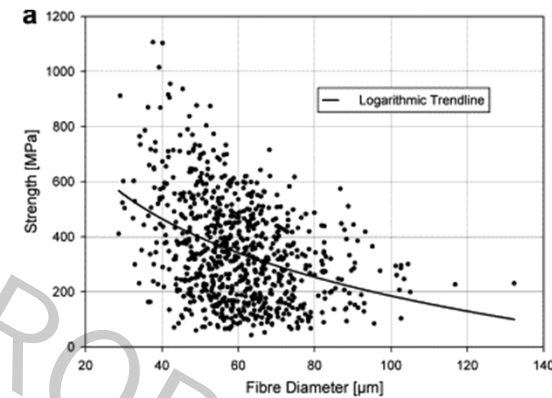


Morphologie

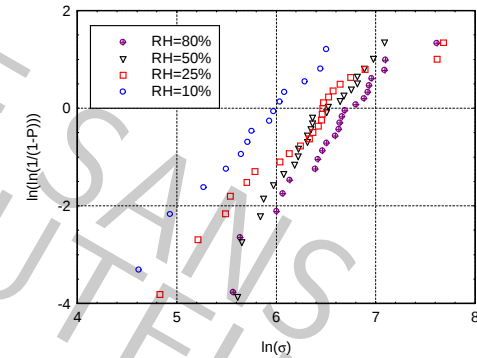
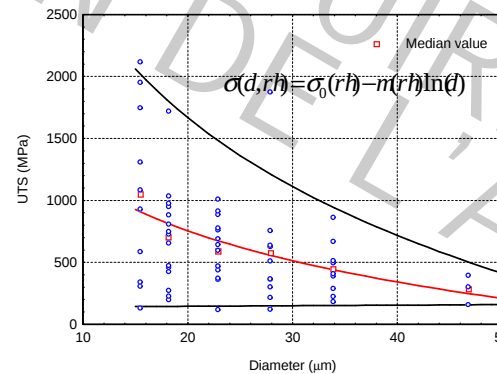
- Section utile
- Fibre unitaire vs. faisceau de fibres
- **Influence de la morphologie sur les propriétés mécaniques**

Diamètre – propriétés mécaniques

Virk et al., CSTE, 2011 (Jute, 785 fibres)



Placet et al., ECCM15, 2012 (Chanvre)



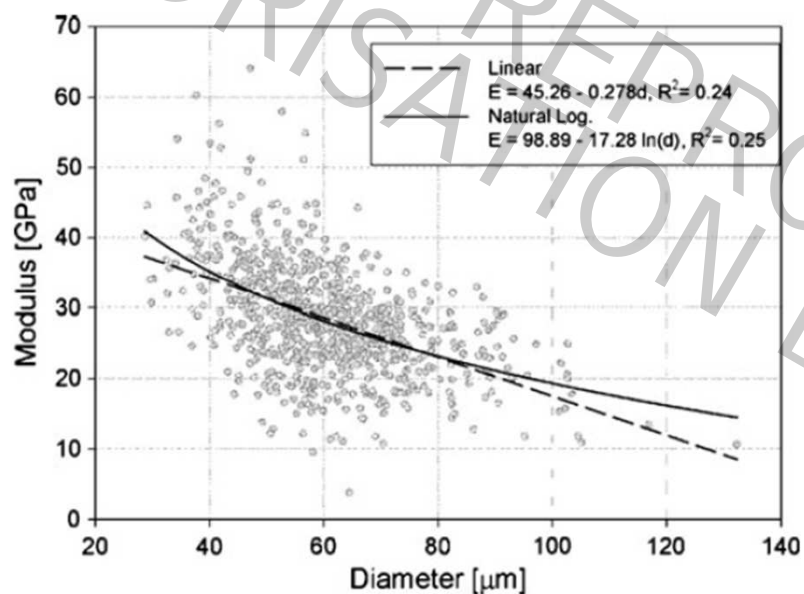
σ_R diminue lorsque le diamètre augmente

En accord avec la théorie de Griffith : la rupture des fibres est pilotée par la présence de défauts

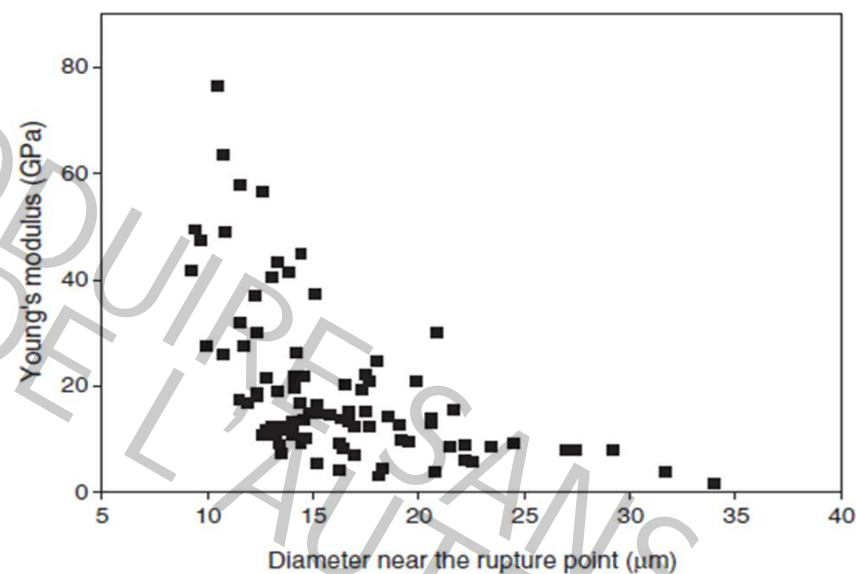
Diamètre – propriétés mécaniques

E diminue lorsque le diamètre augmente

Summerscales et al., JMS, 2011 (Jute)



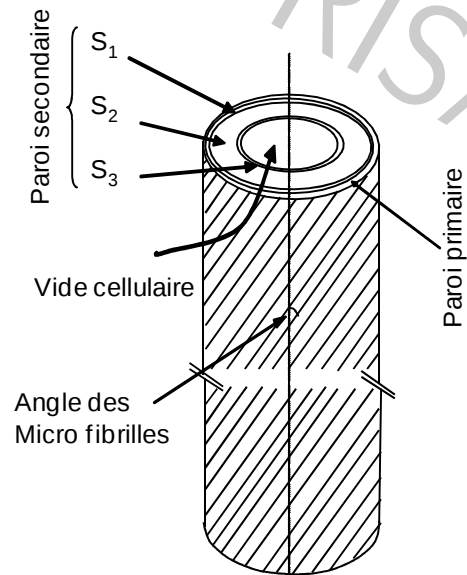
Duval et al., Mater Lett, 2011



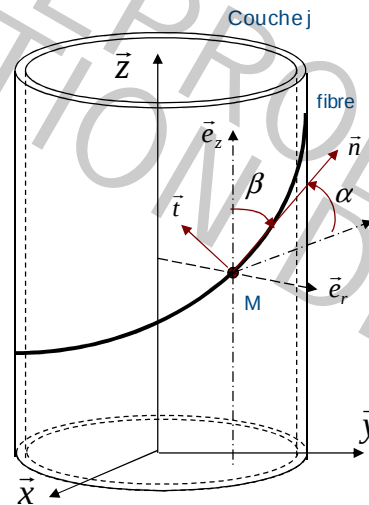
Diamètre – propriétés mécaniques

Simulation du comportement élastique de la fibre

Modèle micromécanique



Placet et al., JCOMA, 2012

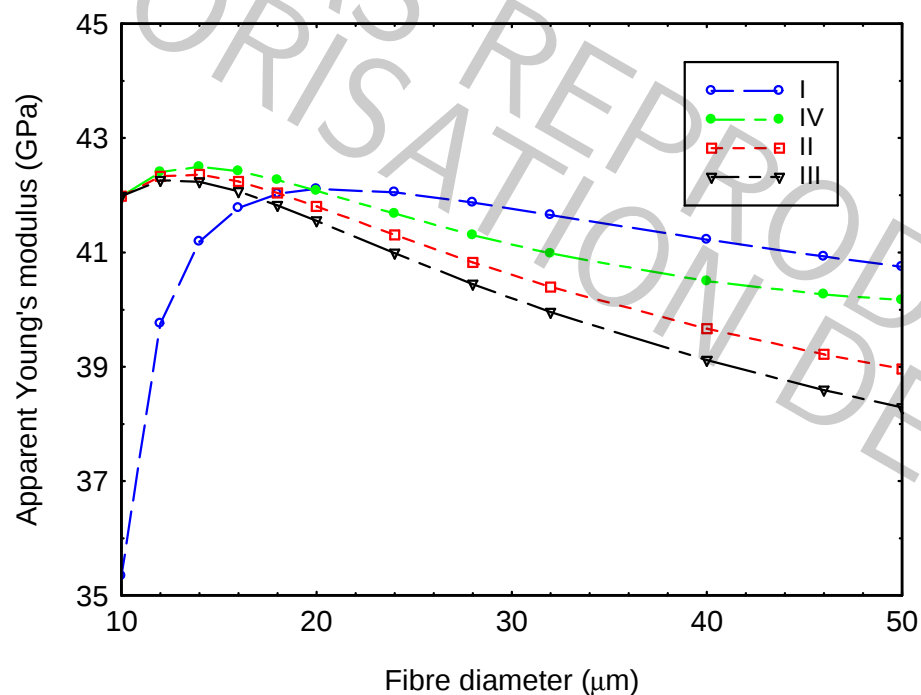


$$\begin{Bmatrix} \sigma_{\vartheta\vartheta}^j \\ \sigma_{zz}^j \\ \sigma_{z\vartheta}^j \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{Q}_{11}^j & \bar{Q}_{12}^j & \bar{Q}_{16}^j \\ & \bar{Q}_{22}^j & \bar{Q}_{26}^j \\ Sym & & \bar{Q}_{66}^j \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{\vartheta\vartheta} \\ \varepsilon_{zz} \\ \gamma_{z\vartheta} \end{Bmatrix}$$

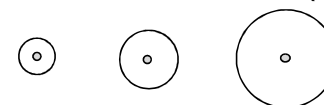
- basé sur des considérations macroscopiques
- utilise les formulations de la mécanique des milieux continus
- la fibre élémentaire est considéré comme un stratifié composé de plusieurs couches concentriques parfaitement cylindriques
- chaque couche est modélisée comme un matériau composites à renforts fibres longues
- basé sur une loi des mélanges

Diamètre – propriétés mécaniques

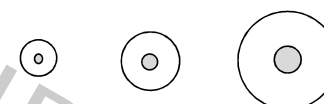
Evolution de E en fonction du diamètre de la fibre selon 4 scenarii d'évolution du lumen en fonction du diamètre de la fibre



(I) Diamètre lumen constant (3.5 μm)



(II) Proportion de lumen constante (15%)



(III) La proportion du lumen augmente avec le diamètre de la fibre



(IV) La proportion de lumen décroît avec le diamètre de la fibre

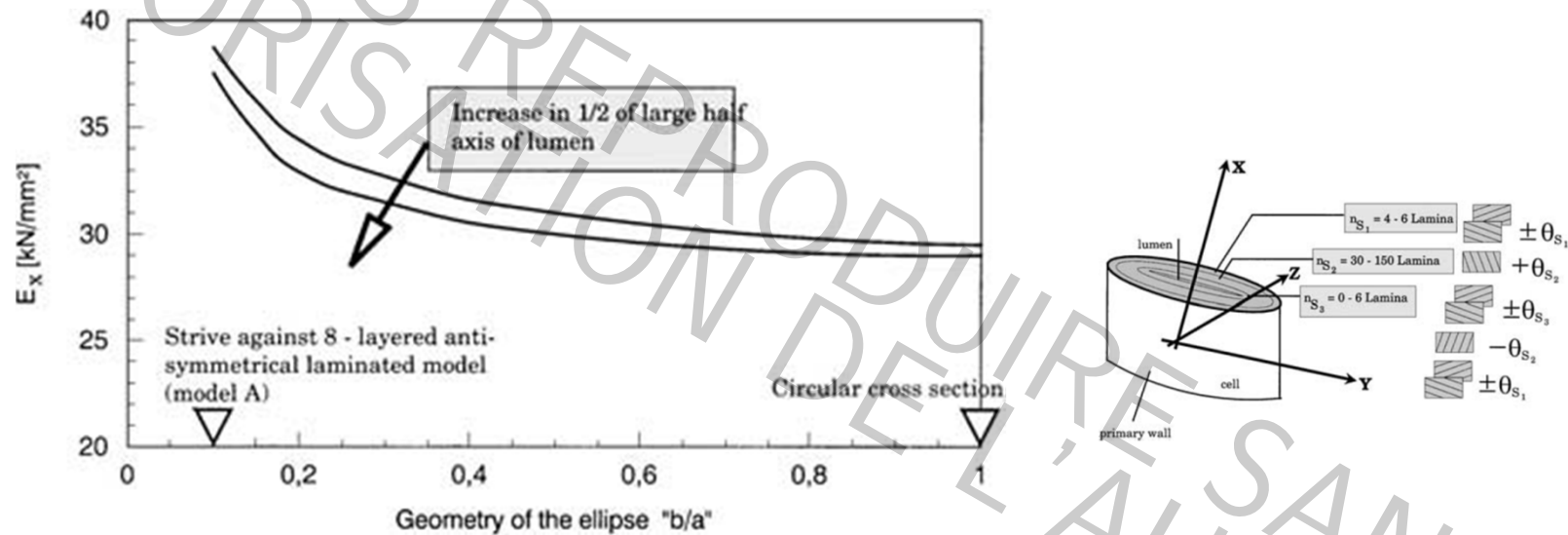


➤ Effet structural : variation max de 10% de E

➤ L'effet structural ne peut expliquer seul les fortes variations de E observées expérimentalement

Morphologie – propriétés mécaniques

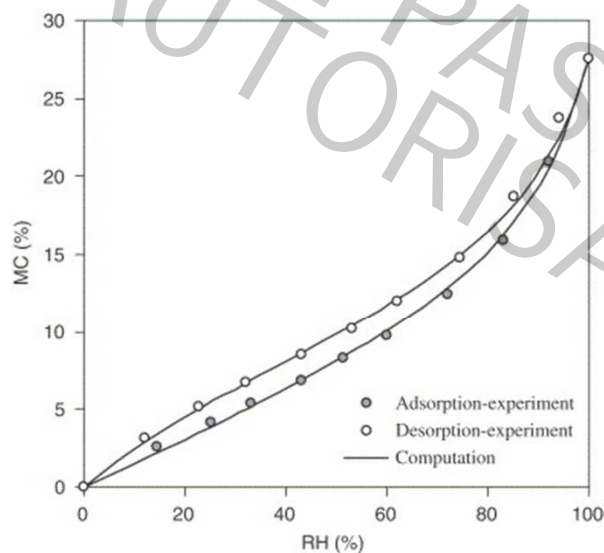
Gassan et al., JMS, 2001





Comportement thermo-hygro-mécanique

Sorption d'eau



- Propriétés dimensionnelles
- Propriétés mécaniques

S. Okabayashi et al. / Carbohydrate Polymers 58 (2004) 293–299

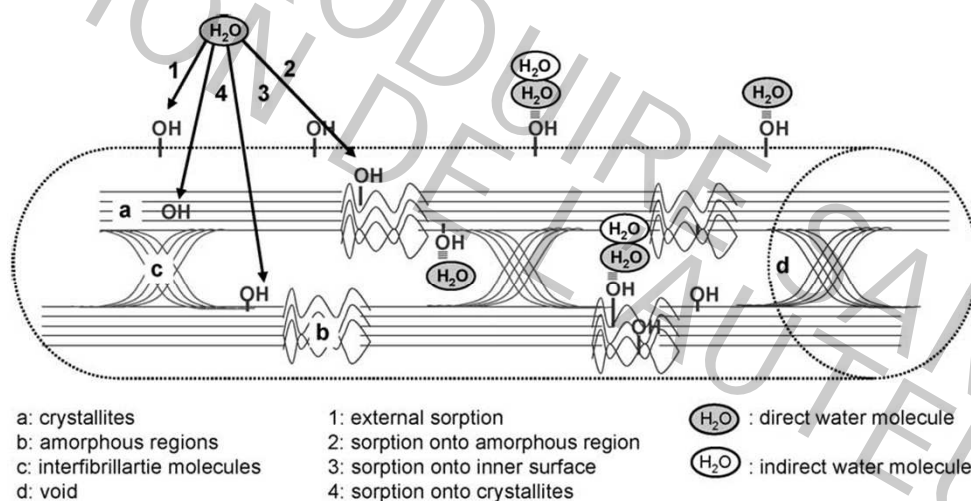
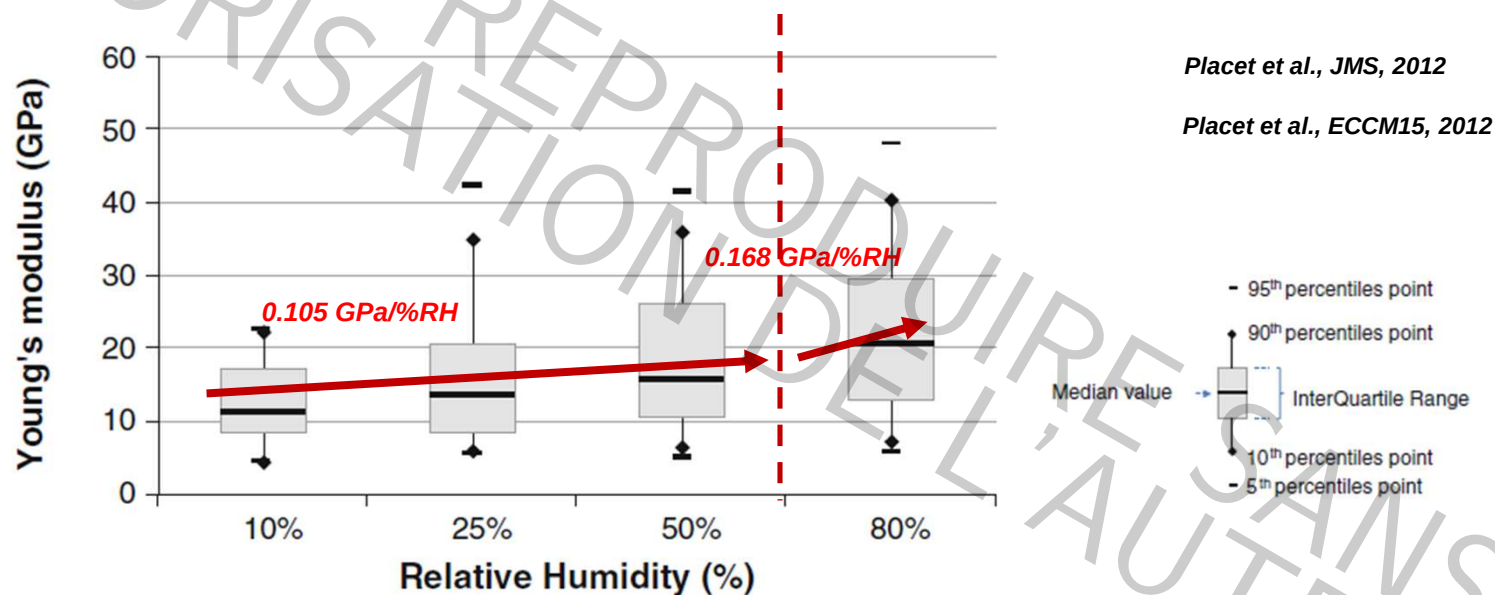


Fig. 4. A schematic diagram of direct and indirect moisture sorption onto external surface (1), amorphous regions (2), inner surface of voids (3), and crystallites (4).

Humidité Relative – Propriétés mécaniques

Poster Ousseynou CISSE



Simulation du comportement hygro-élastique

Modèle inspiré des travaux de :

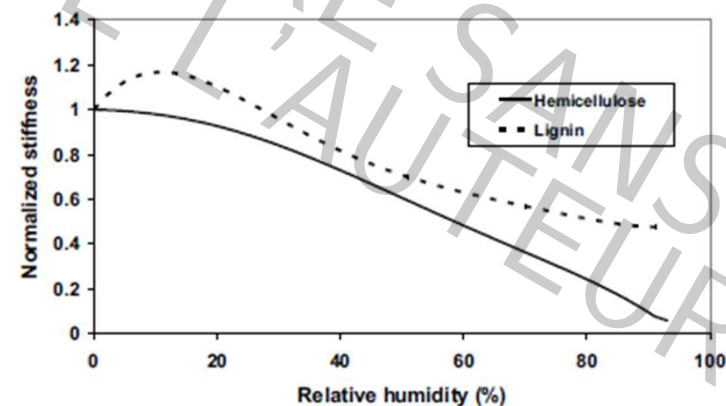
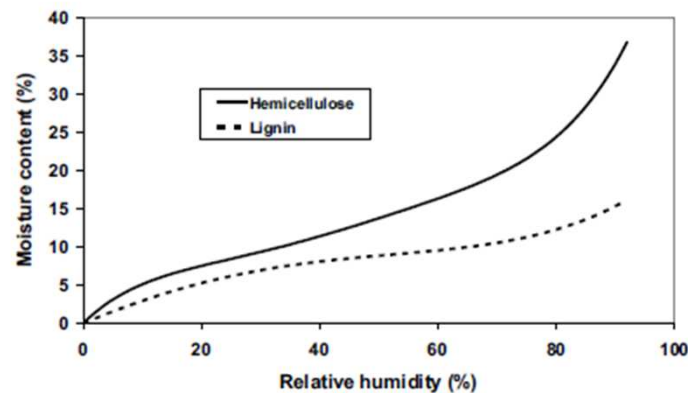
Neagu & Gamstedt. *J Mater Sci* 42:10254-10274 (2007)

Marklund & Varna. *Appl Compos Mater* 16:245-262-10274 (2007)

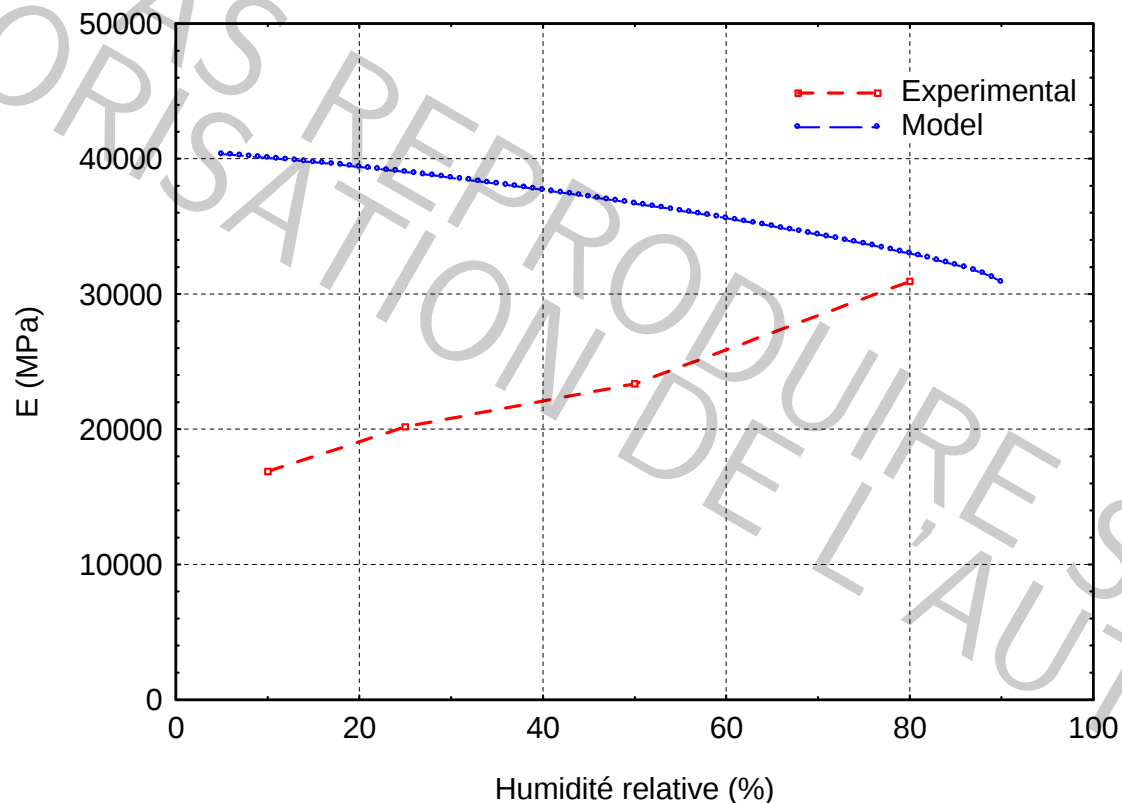
$$\begin{Bmatrix} \sigma_r \\ \sigma_\theta \\ \sigma_z \\ \sigma_{\theta z} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} \end{Bmatrix}_k = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & 0 & 0 \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55} & c_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{56} & c_{66} \end{bmatrix}_k \begin{Bmatrix} u_{r,r} \\ r^{-1}(u_{\theta,\theta} + u_r) \\ u_{z,z} \\ u_{\theta,z} + r^{-1}u_{z,\theta} \\ u_{z,r} + u_{r,z} \\ r^{-1}u_{r,\theta} + u_{\theta,r} - r^{-1}u_\theta \end{Bmatrix}_k - \begin{Bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \\ \beta_4 \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}_k \Delta C$$

Moisture influences the dimensions and mechanical properties of amorphous components

Cousins,
1976, 1978



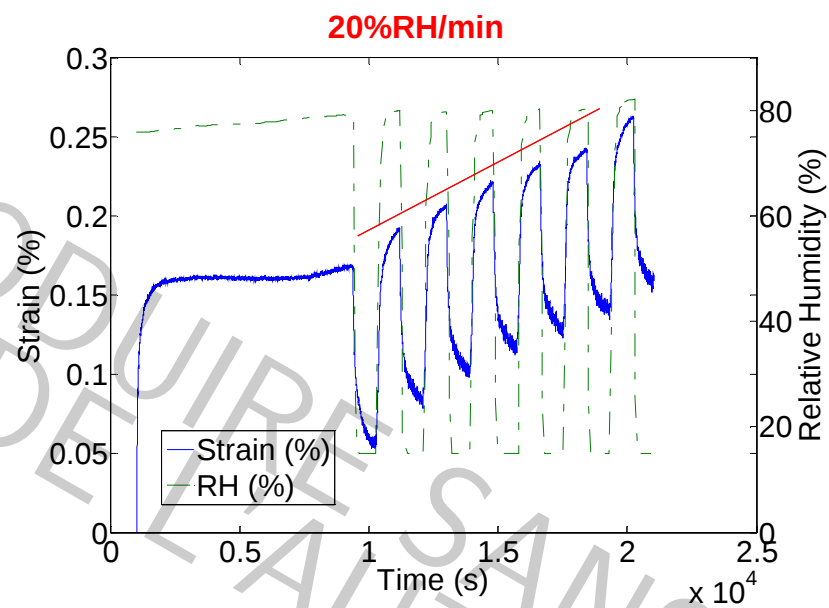
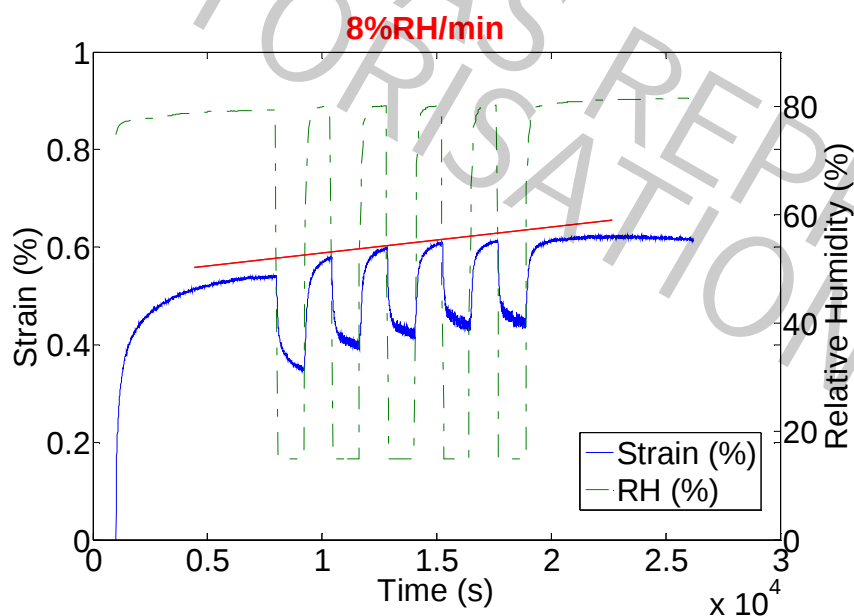
Simulation du comportement hygro-élastique



Les modèles actuels ne sont pas capables de reproduire le comportement observé expérimentalement

Humidité Relative – Comportement mécanique

Fluage mécano-sorptif

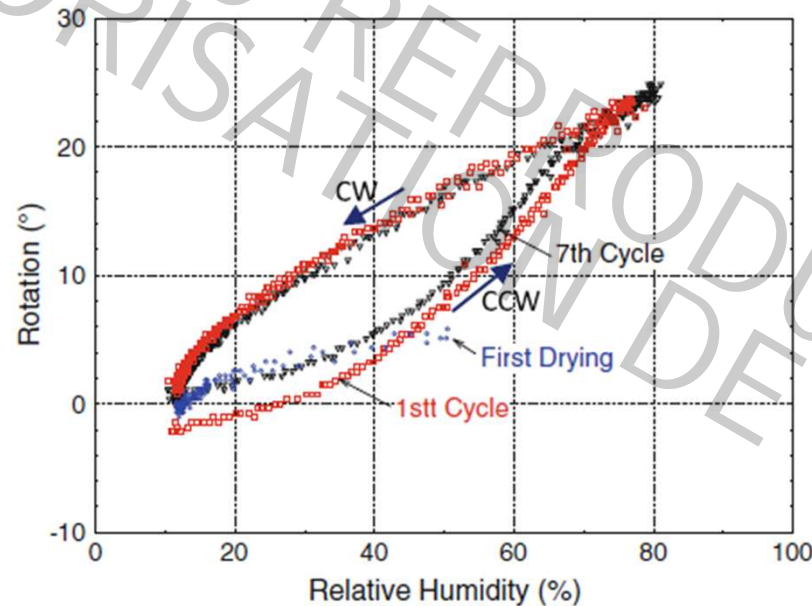


Much greater creep in cyclic humidity conditions than in constant environment at the high-humidity is observed only for high rates of RH variation. => Mechano-sorptive effect

Cisse O, Placet V, Boubakar ML. *Mechano-sorptive creep in single hemp fibres*. Composites Week @Leuven, Leuven, Belgium, 16-20 Septembre 2013

Humidité Relative – Comportement mécanique

Activation du couplage traction/rotation



Rotation induite sous contrainte mécanique par un gradient d'humidité relative

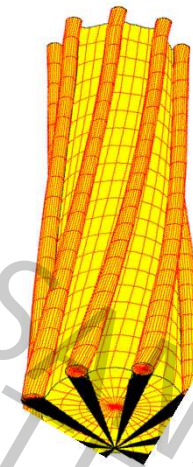
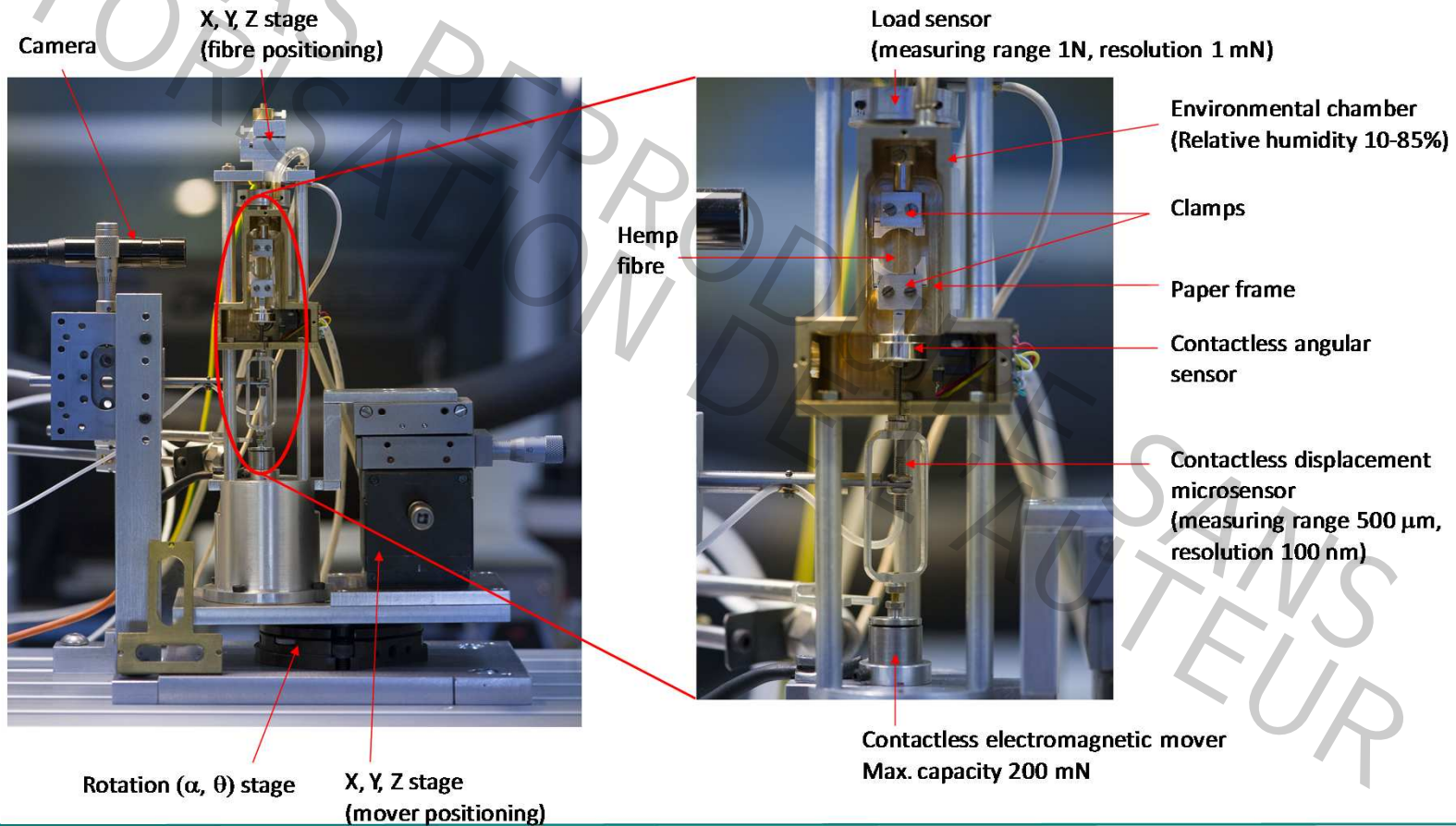


Fig. 9 Angles of rotation about the fibre axis versus percentage of relative humidity, for an elementary hemp fibre at a constant stress of 40 MPa. Direction of circular motion: (+) counter-clockwise (CCW) and (–) clockwise (CW)

Placet V, Cisse O, Boubakar ML. Influence of environmental relative humidity on the tensile and rotational behaviour of hemp fibres. *Journal of Materials Science* 47(7):3435-3446, 2012.

Humidité Relative – Comportement mécanique

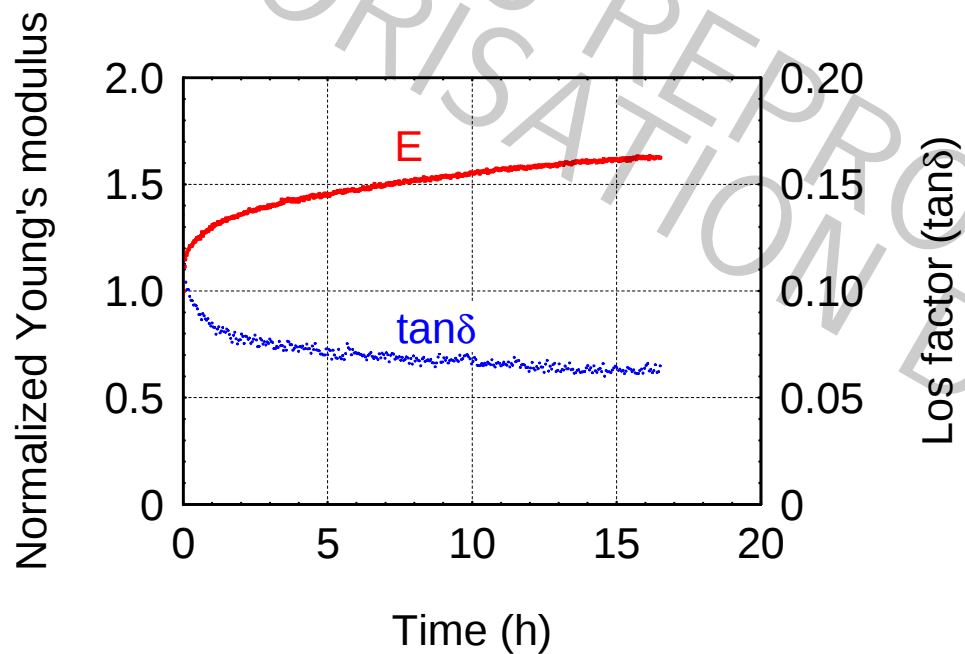
Activation du couplage traction/rotation



Humidité Relative – Comportement

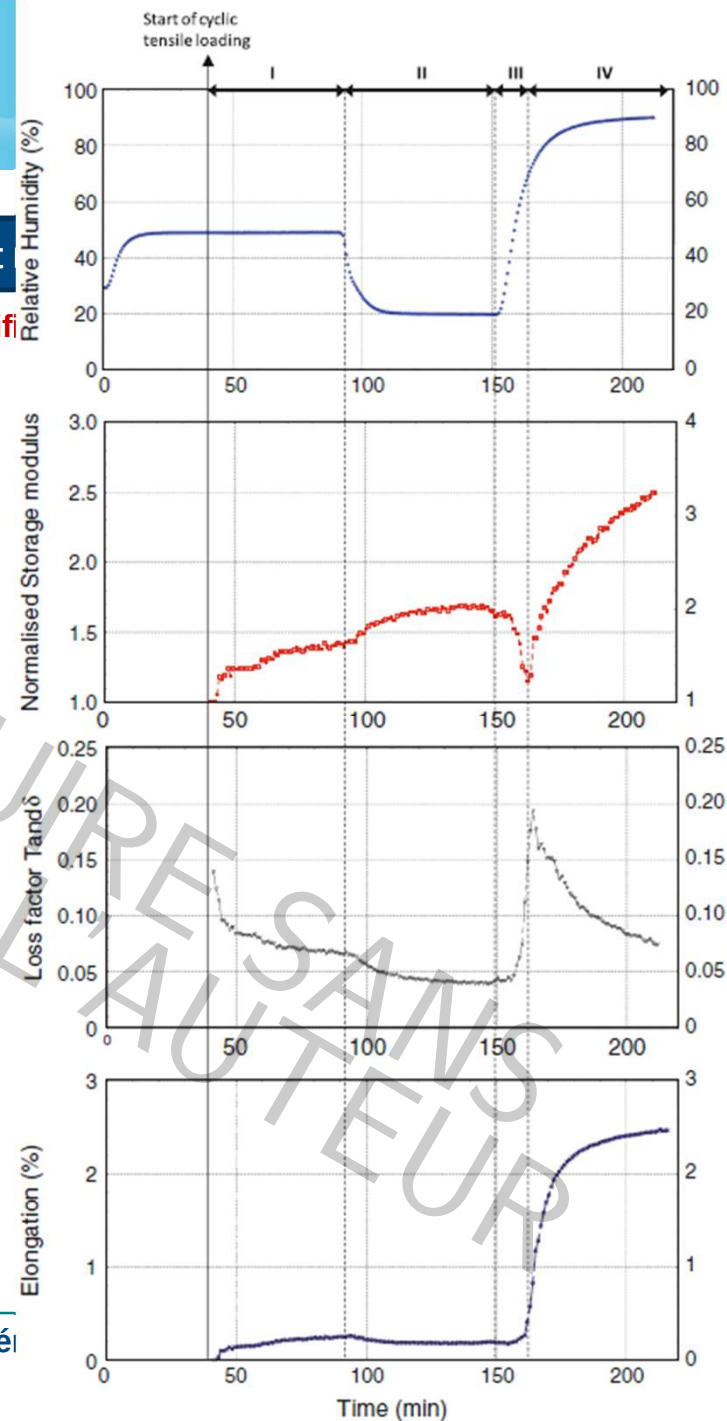
Activation du phénomène de rigidifi

Placet, JCOMA, 2009



Observations similaires

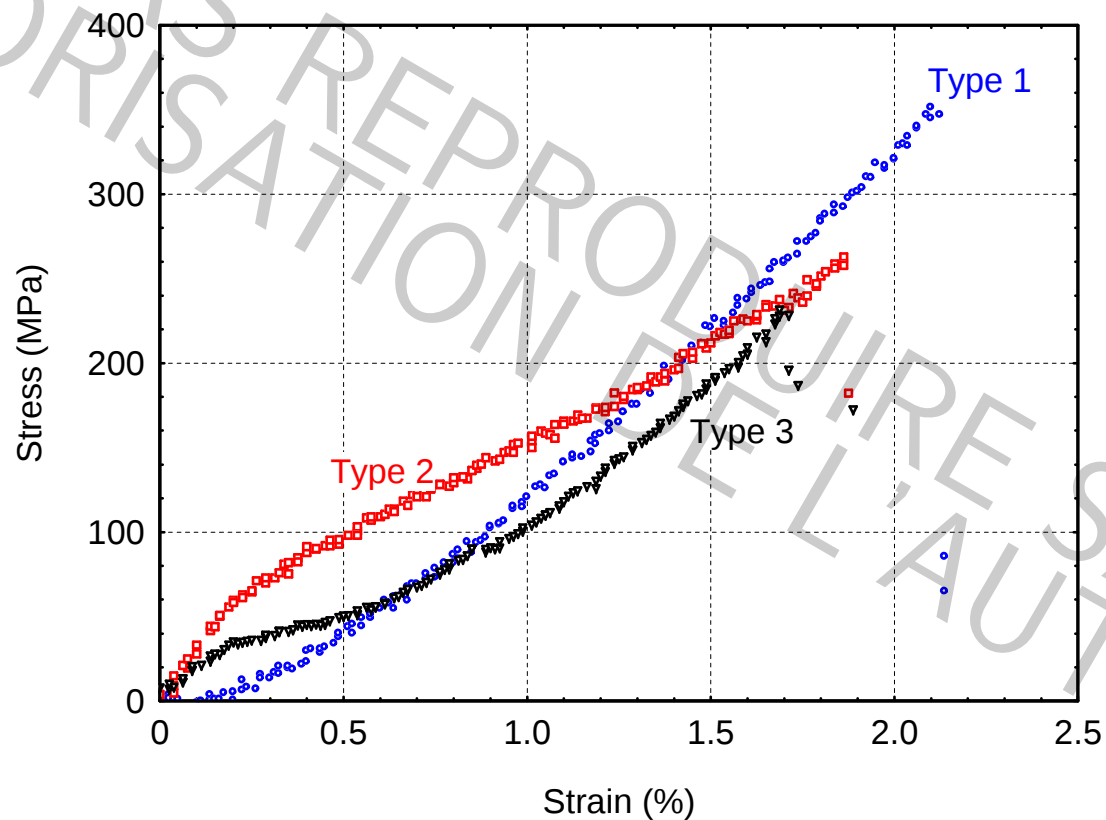
- Lin (Baley, 2002).
- Sisal (Silva et al. 2009)



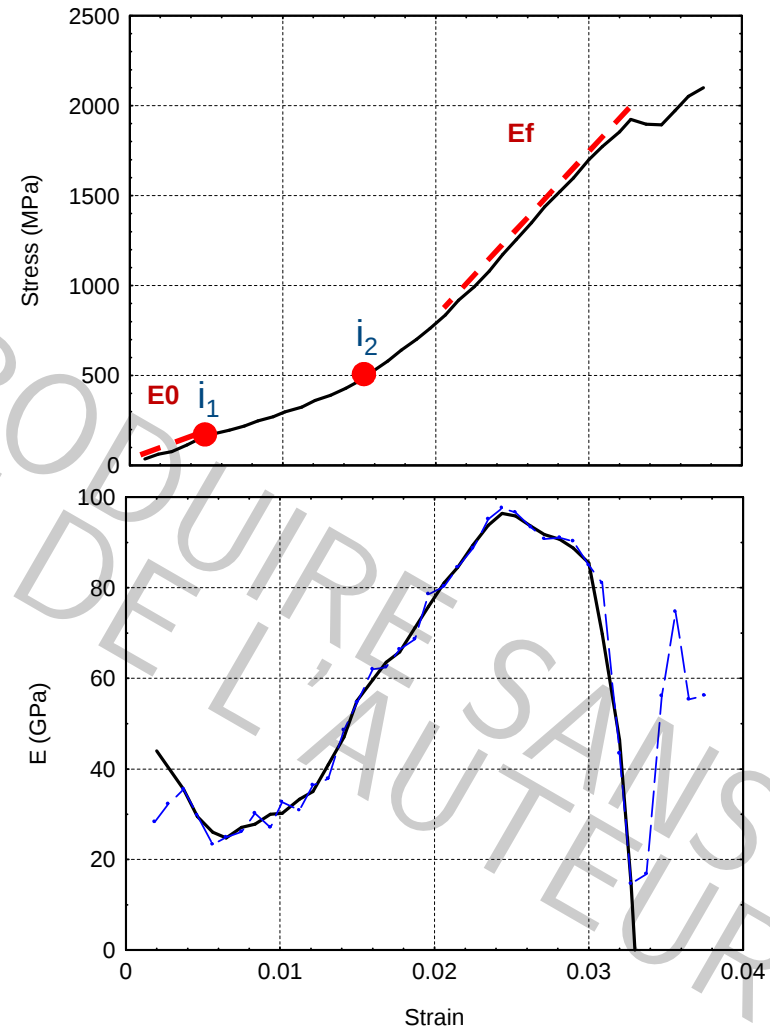
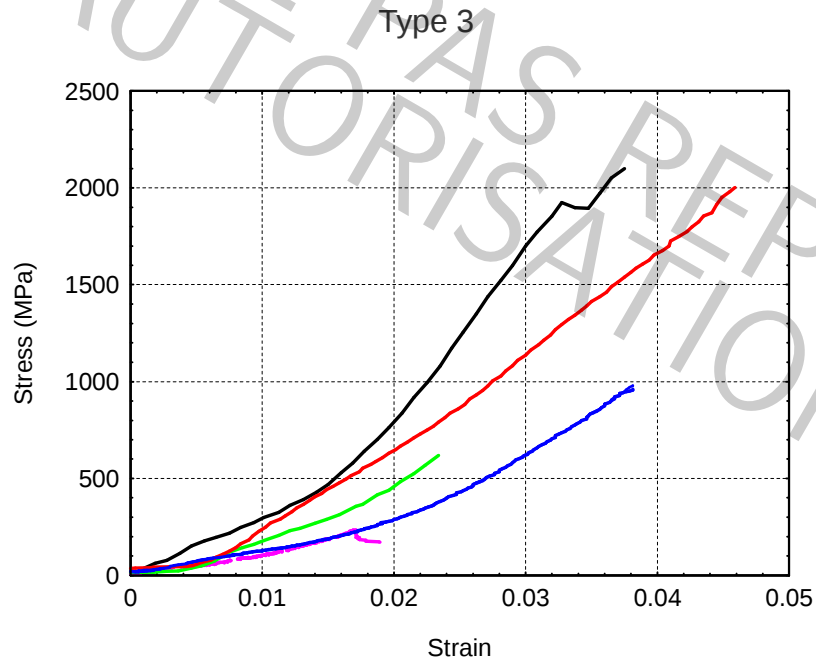
Non-linéarité du comportement en traction

Traction / Non-linéarité

Courbes-types identifiées sur 300 essais de traction sur fibres élémentaires



Traction / Non-linéarité



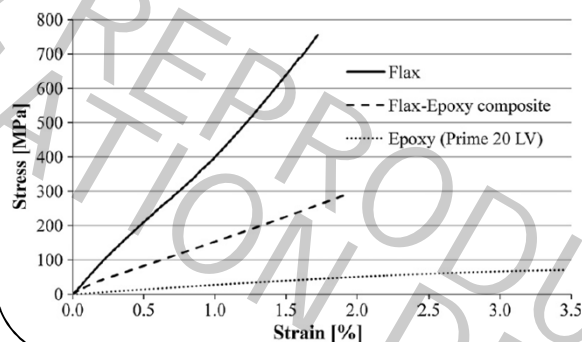
Traction / Non-linéarité

■ Des répercussions possibles à l'échelle du composite

Composite UD lin/époxy

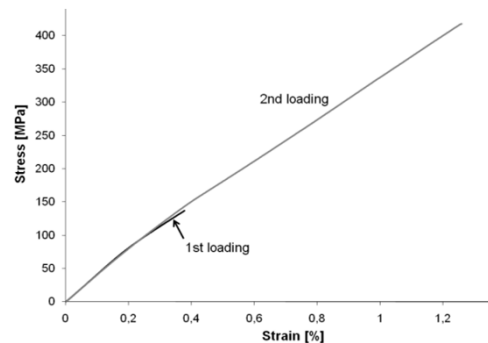
Shah et al. *Compos Sci Technol* 72:1909-1917, 2012

Nottingham



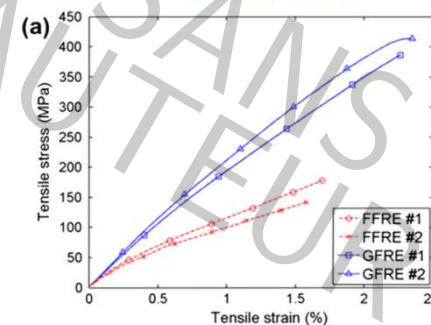
Baets et al. 4th Ecocomp 2011.

KU Leuven



Liang et al. *Compos Sci Technol* 72:535-543, 2012

DRIVE, Nevers

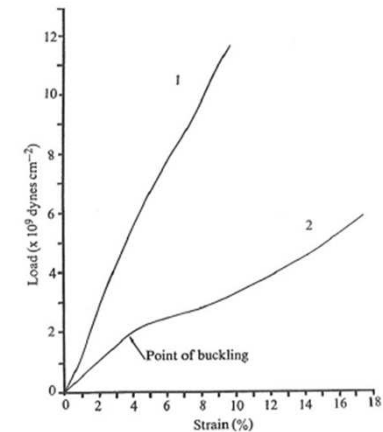
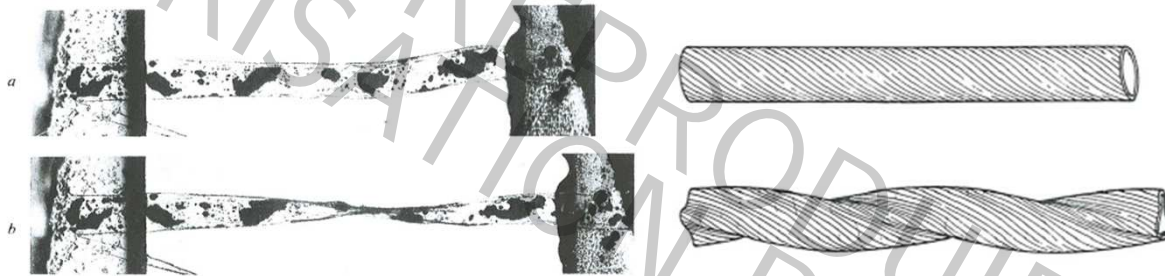


❑ Origine de la non-linéarité

Hypothèses de la littérature

1. Flambement de la paroi cellulaire

Page et al. Nature 229 (1971) 252-253



2. Réorientation des microfibrilles
(en particulier dans les zones de dislocation)

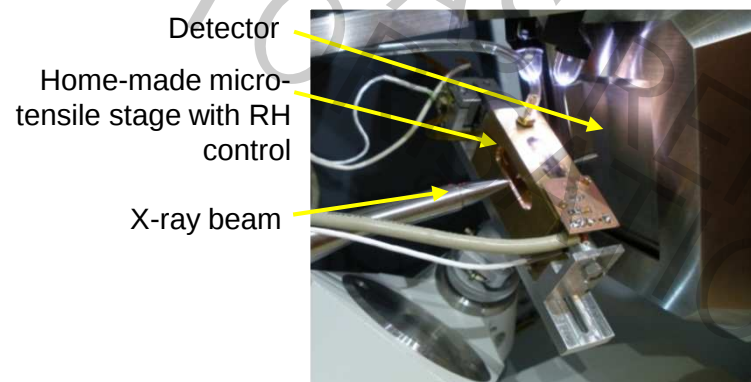
3. Endommagement

4. Comportement plastique

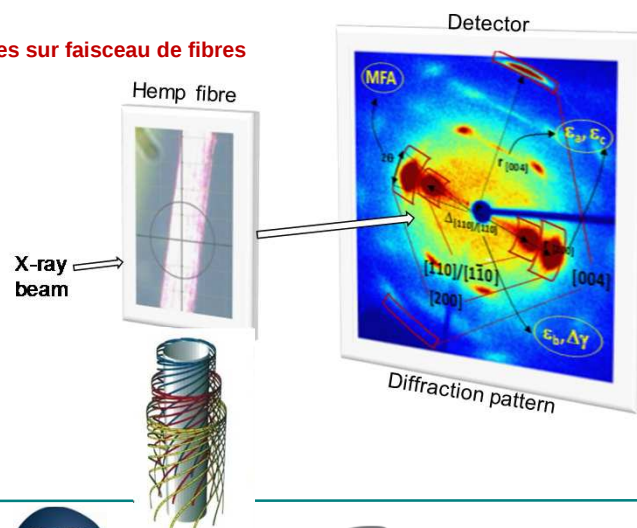
□ Ré-orientation des microfibrilles

■ *In situ* WAXS

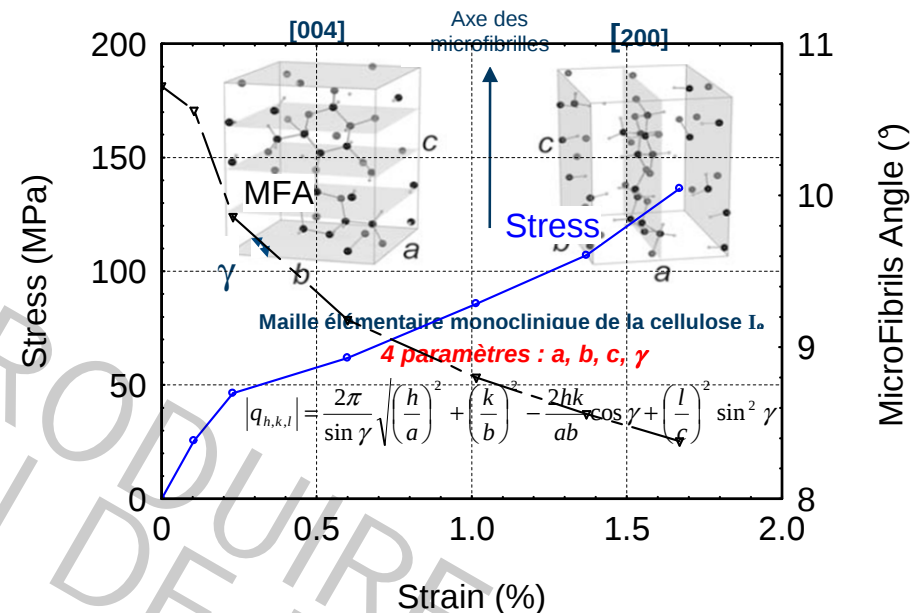
Collaboration P. Perré (ECP) et A. Bouali (LERMAB)



Mesures sur faisceau de fibres



Détermination : AMF + déformation des cristallites de cellulose



- AMF initial 10-11°
- AMF diminue avec la contrainte
- Réorientation insuffisante pour expliquer la forte rigidification

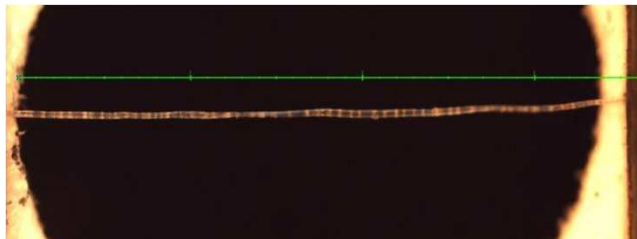
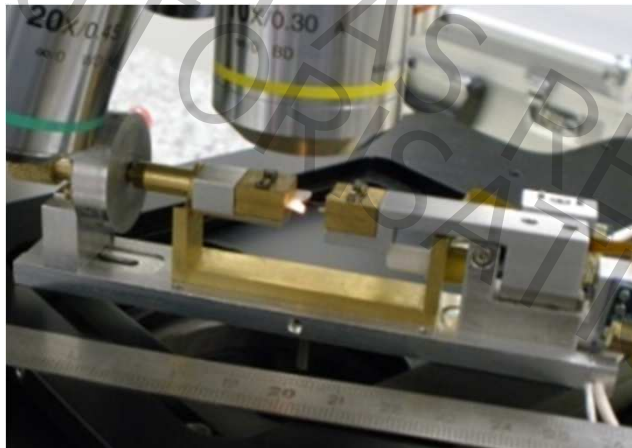
-> cristallisation de la cellulose amorphe?



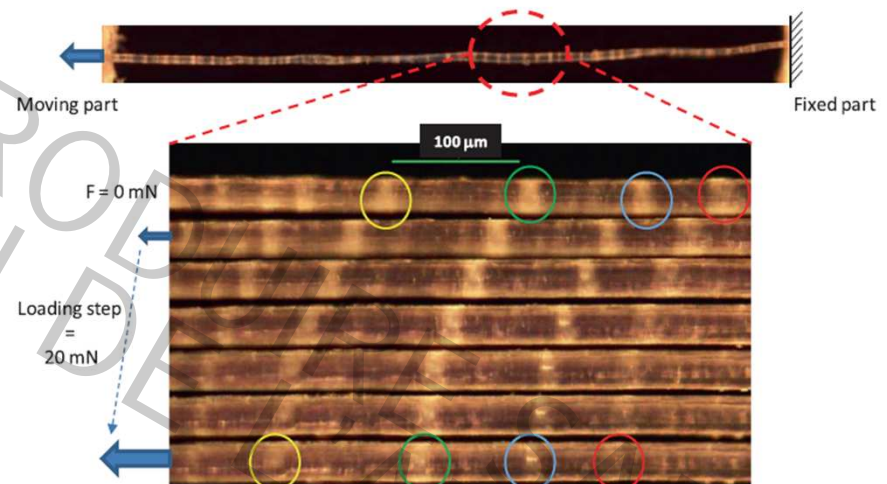
Page & Hosseiny, 1983

❑ Ré-orientation des microfibrilles

■ *In situ* PLM



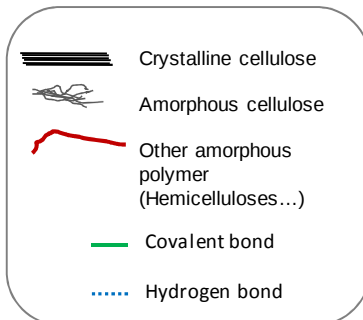
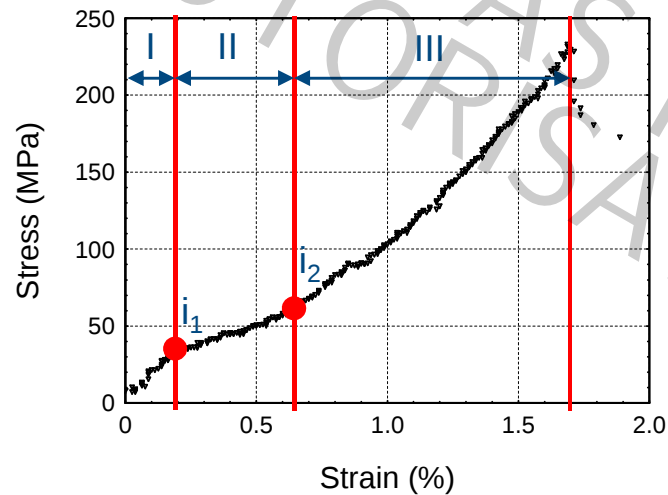
Film



- Réorientations pour les contraintes élevées
- Réorientations partiellement réversibles
- Réversibilité dépend du temps (**phénomènes viscoélastiques**)

□ Un nouveau scénario basé :

- **Phénomènes viscoélastiques**
- **Réorientation des microfibrilles**
- **Cristallisation sous contrainte**



I. Comportement linéaire

Déformation élastique des zones amorphes et cristallines

II. Diminution « apparente » de rigidité, élongation irréversible, rigidification au chargement suivant

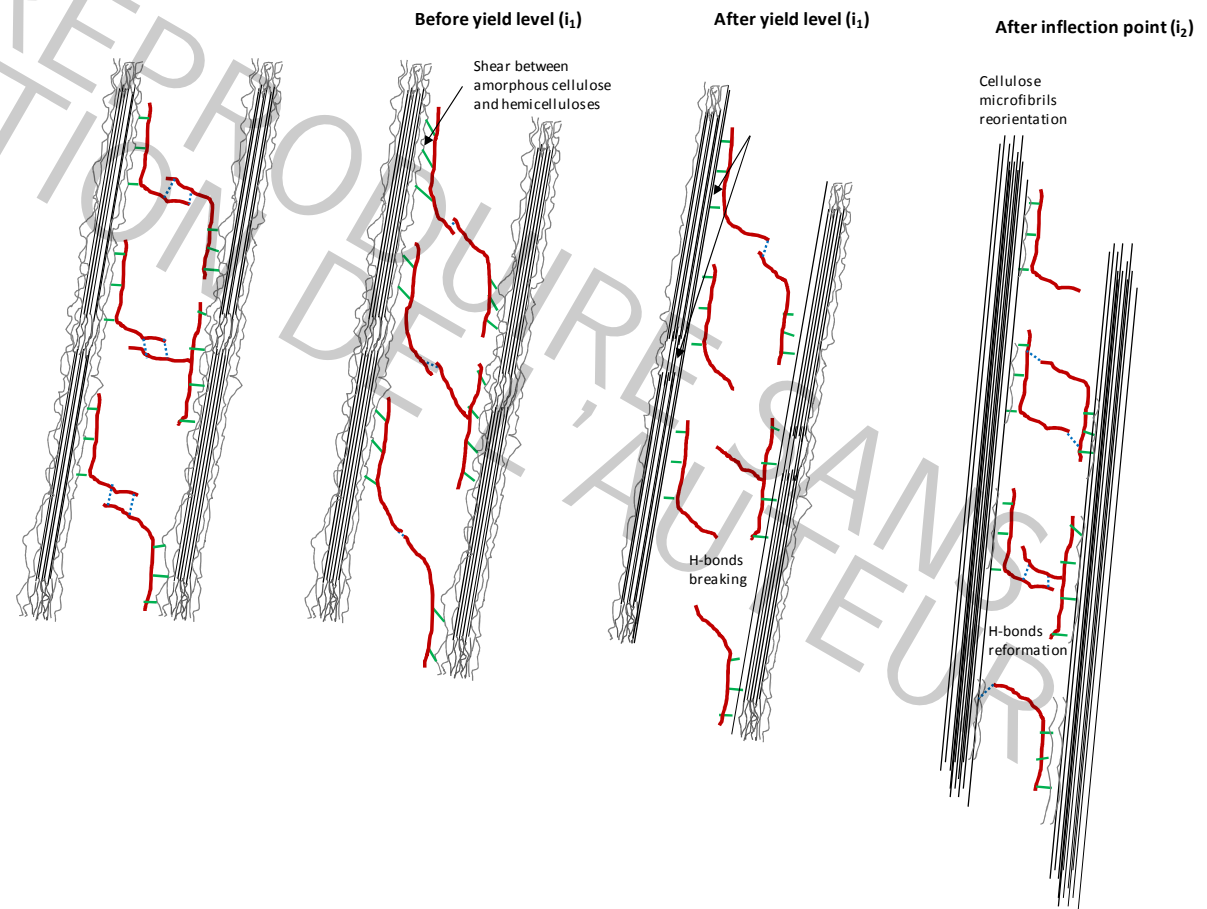
Glissement aux interfaces microfibrilles/matrice + réorientation + blocage dans une nouvelle position (stick-slip mechanism)

Cristallisation induite par cisaillement de la cellulose amorphe

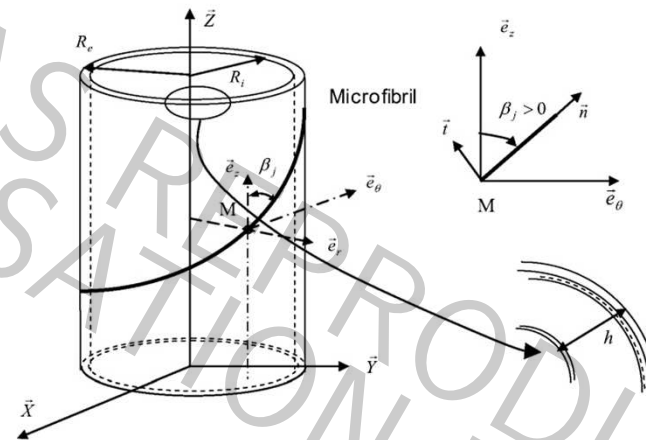
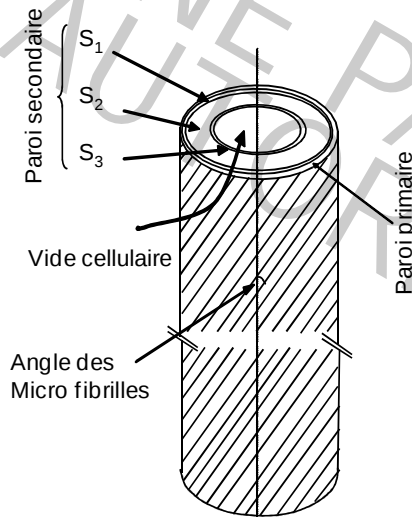
III. Parabolique

Déploiement des microfibrilles dans les zones de dislocation et réalignement général

Rupture des interfaces amorphe/cristalline

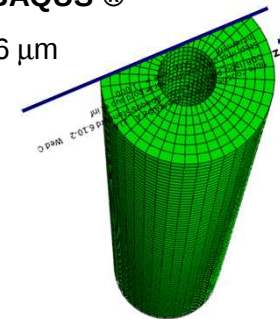


□ Modélisation



Implémentation dans ABAQUS ®

- Diamètre extérieur : 26,6 μm
- Diamètre lumen : 9 μm
- Longueur : 1-8 mm



- basé sur des considérations macroscopiques, utilise les formulations de la mécanique des milieux continus

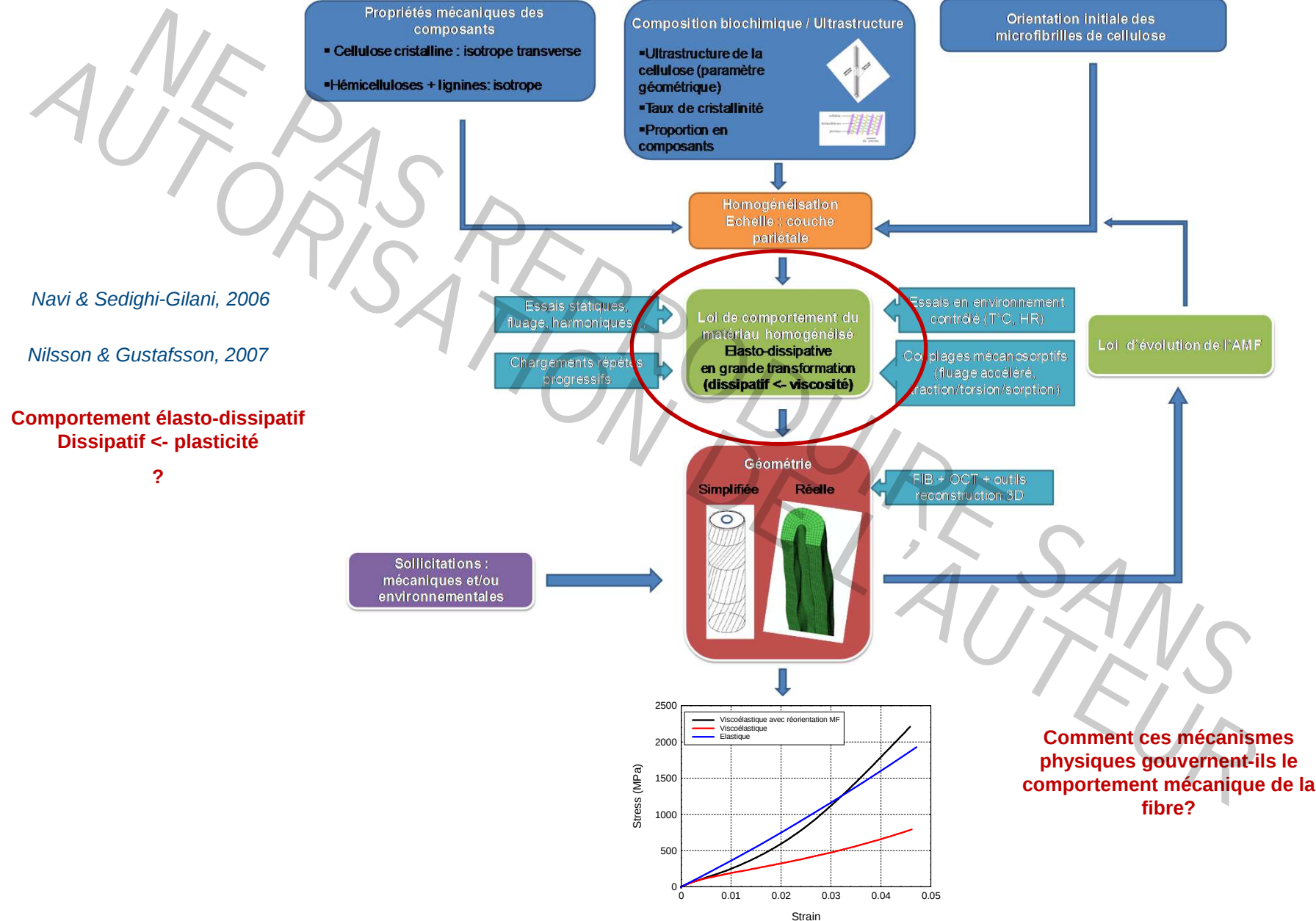
- la fibre élémentaire est considéré comme un stratifié composé de plusieurs couches concentriques parfaitement cylindriques (adhésion parfaite entre les différentes couches)

- chaque couche est modélisée comme un matériau composites à renforts fibres longues

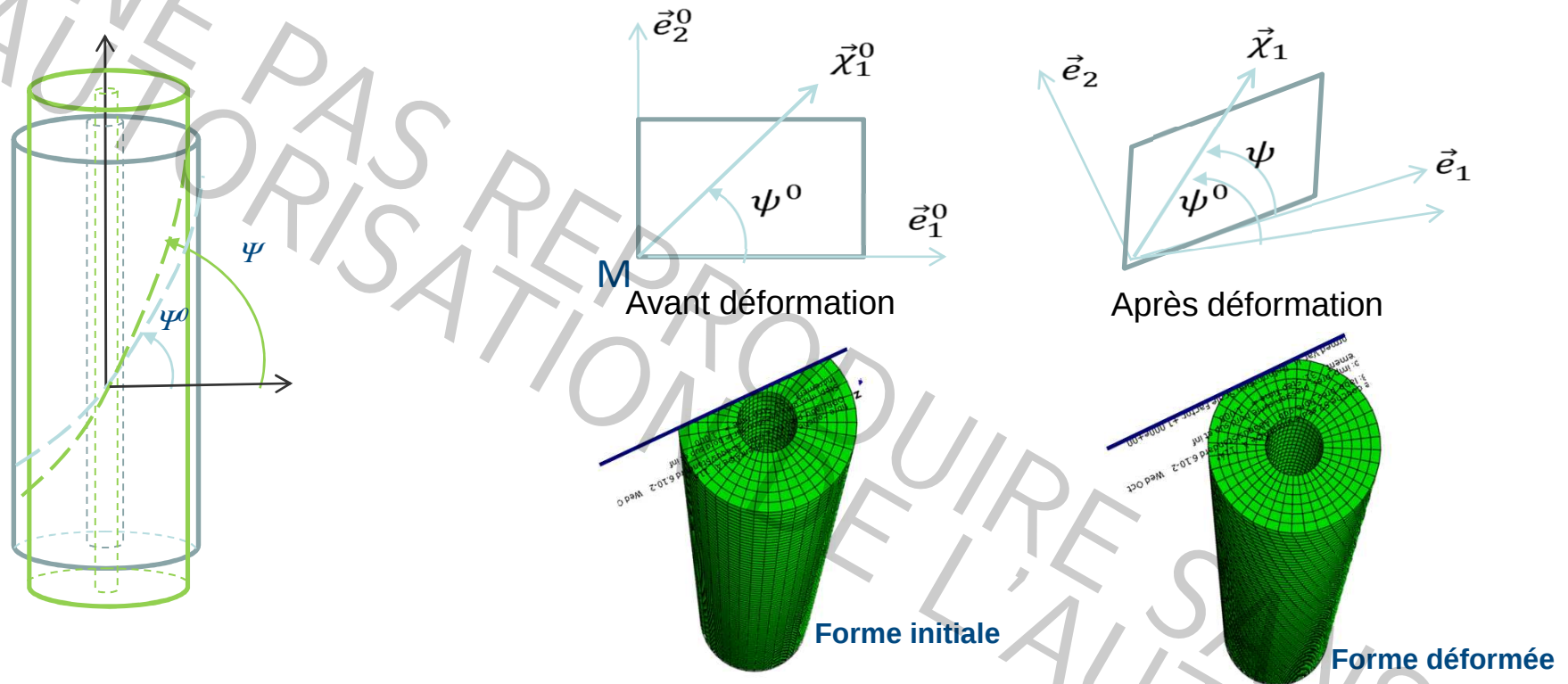
- basé sur une loi des mélanges

Propriétés homogénéisées de la paroi

	S_2
E_L (GPa)	75
E_T (GPa)	11
G_{LT} (GPa)	2,5
G_{TT} (GPa)	4,6
ν_{LT}	0,153
ν_{TT}	0,2



□ **Modélisation – Ré-orientation MF sous sollicitation de traction**



Loi d'évolution des MF évaluée
à partir d'une formulation en
référentiel tournant matériel
(cinématique plane par rapport à
la direction radiale)

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

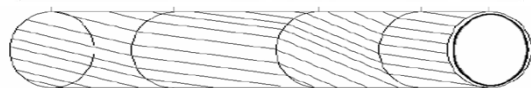
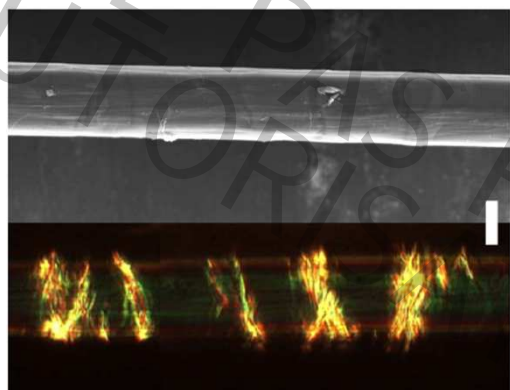
ψ : orientation courante

ψ^0 : orientation initiale

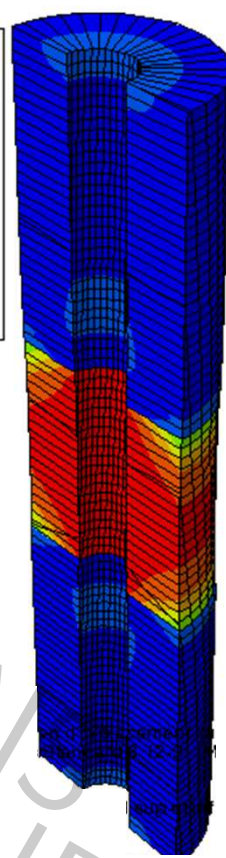
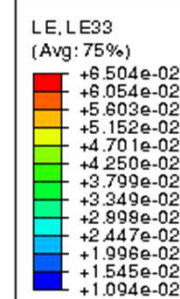
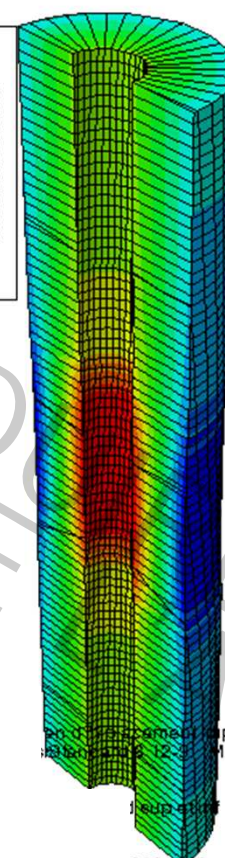
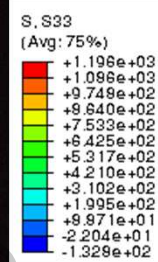
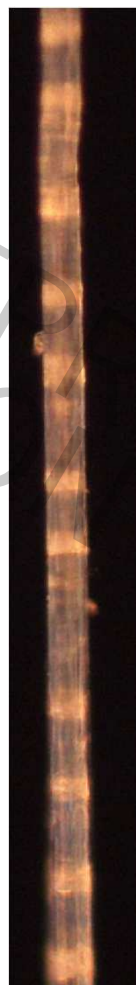
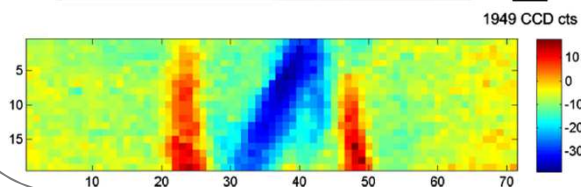
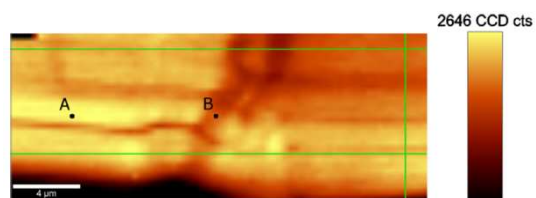
F_{ij} : composantes du gradient de transformation

□ Modélisation – Défauts

Thygesen et al. *Ind Crop Prod* 24 (2006) 181-185



Thygesen & Gierlinger. *Journal of Structural Biology* 182 (2013) 219-225



Conclusions

Caractérisation des fibres végétales : difficultés et précautions

Caractérisation expérimentale

- ❑ Préparation des fibres
 - Faisceau ou fibre unitaire
 - Défauts initiaux
 - Vrillage initial
 - Histoire thermo-hygro-mécanique de la fibre
 - Section utile, morphologie
- ❑ Conditions d'essais
 - Vitesse d'essai
 - Conditions aux limites (rotation libre/bloquée; encastrement)
 - Conditions hygro-thermiques
- ❑ Détermination des propriétés
 - Non-linéarité de la courbe de traction
 - Prise en compte des couplages (mécanosorptifs et mécaniques)

Modélisation

- ❑ Géométrie (réelle / simplifiée)
- ❑ Organisation de la paroi cellulaire
 - Composition
 - Microstructure / ultrastructure
- ❑ Propriétés de la paroi cellulaire (mécaniques, hygro-expansion)
 - Propriétés méca. des polymères constitutifs (*in situ*)
 - Coef. d'hygro-expansion
- ❑ Comportement
 - Lois de comportement
 - Lois d'évolution des paramètres microstructuraux
 - Couplages
 - Endommagement