6ème école d'automne du GdR

Mesurer, Comprendre et Modéliser le Comportement Multiphysique des Matériaux Bio et Géosourcés

GdR MBGS
MATÉRIAUX de CONSTRUCTION
BIO et GÉO SOURCÉS



Comportement thermo-hygro-mécanique des bio-composites

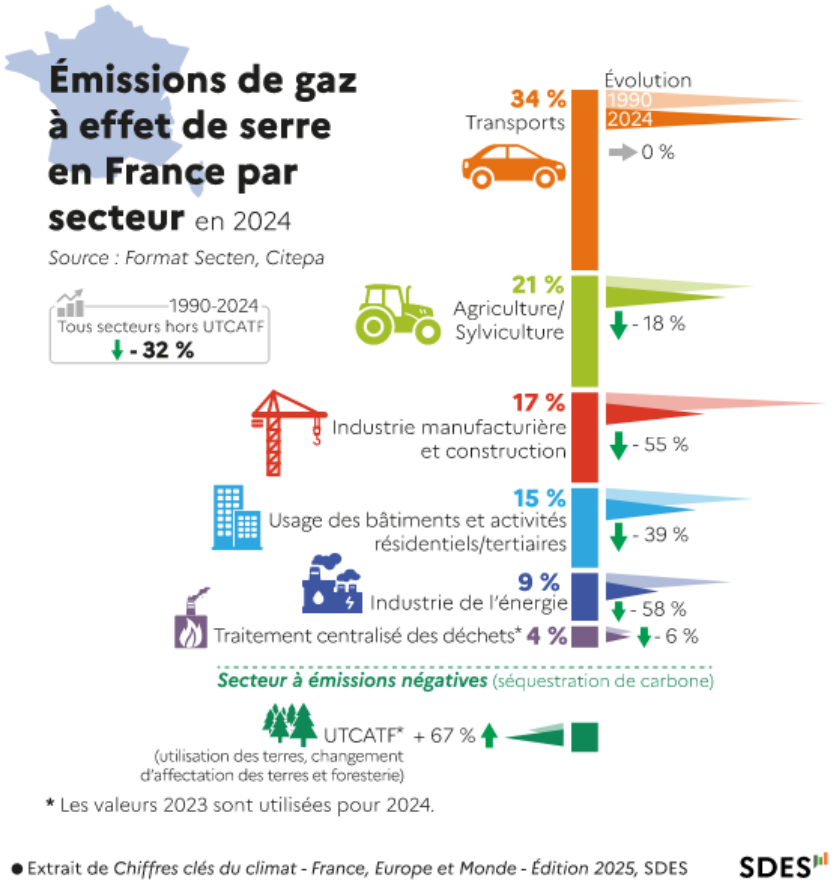
Amandine Célino – Mael Péron

Nantes Université - GeM

12 au 15 octobre 2026 à Pornichet

Contexte

- Emission de GES par secteurs d'activité:

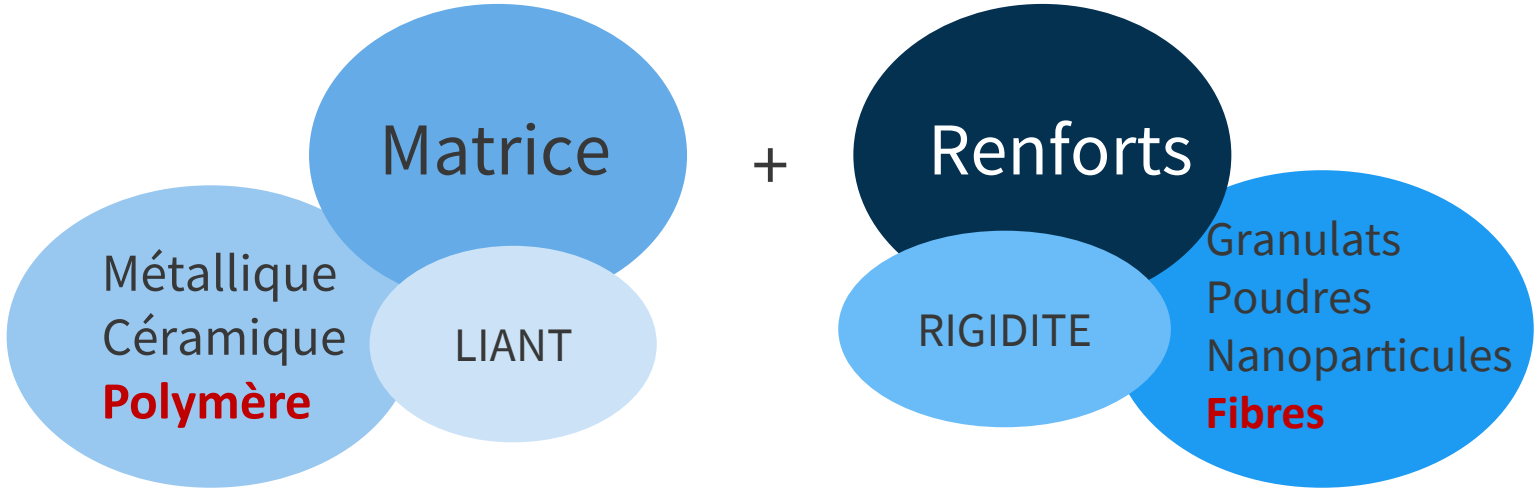


➔ Allègement des véhicules
➔ Utilisation des composites
➔ Utilisation des bio-composites

Contexte

- Matériau composite

Composite = **Matériau hétérogène**

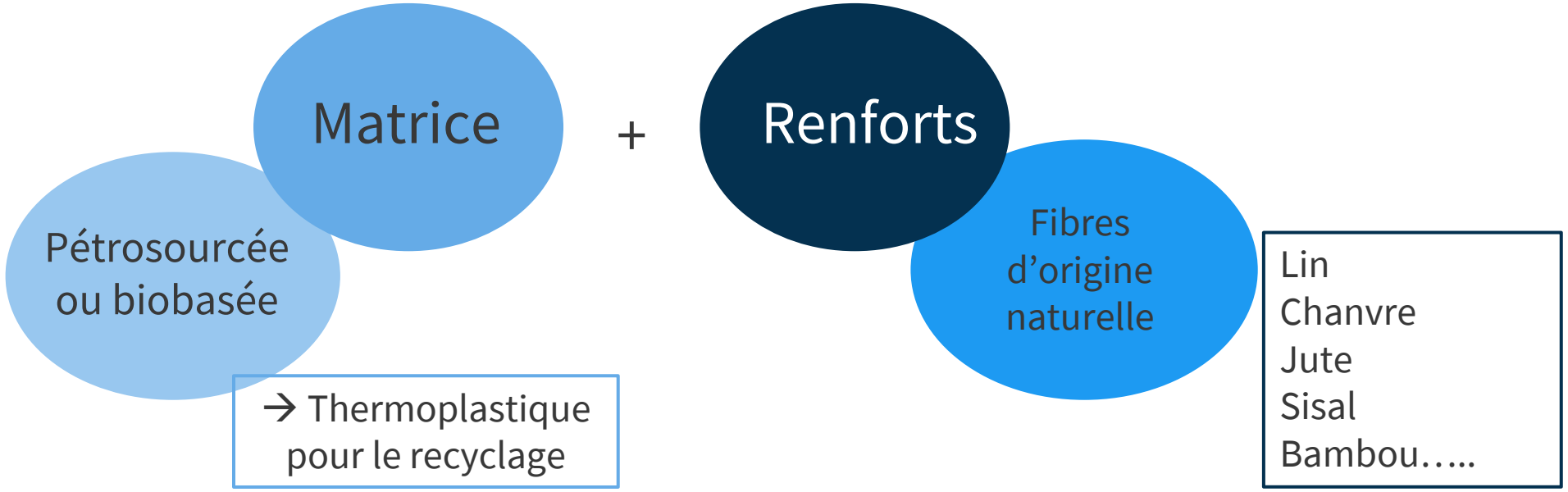


« Addition de plusieurs matériaux dans le but d'obtenir des propriétés supérieures à ce que l'on obtiendrait avec un seul matériau »

Contexte

- Matériau bio-composite

Bio-Composite = **Matériau (encore plus) hétérogène**



Contexte

- Matériau bio-composite: transformation des fibres de lin en France



Culture



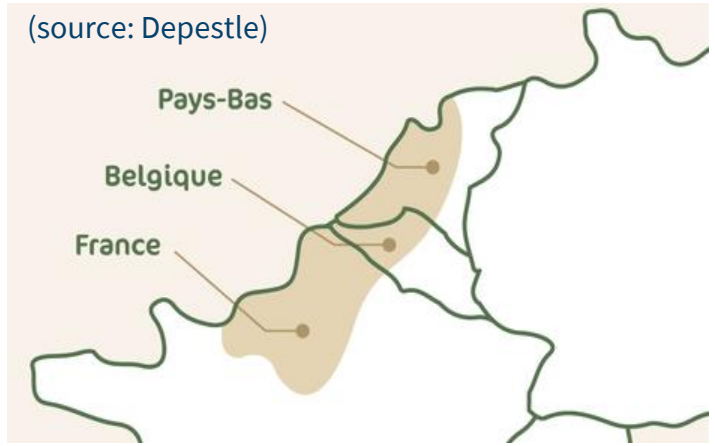
Arrachage



Rouissage



Récolte

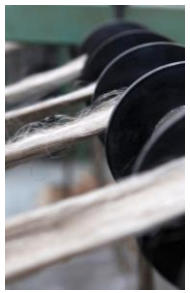


Pré-imprégné UD

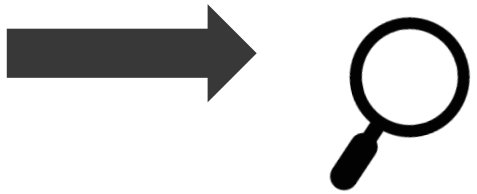


Teillage





Peignage



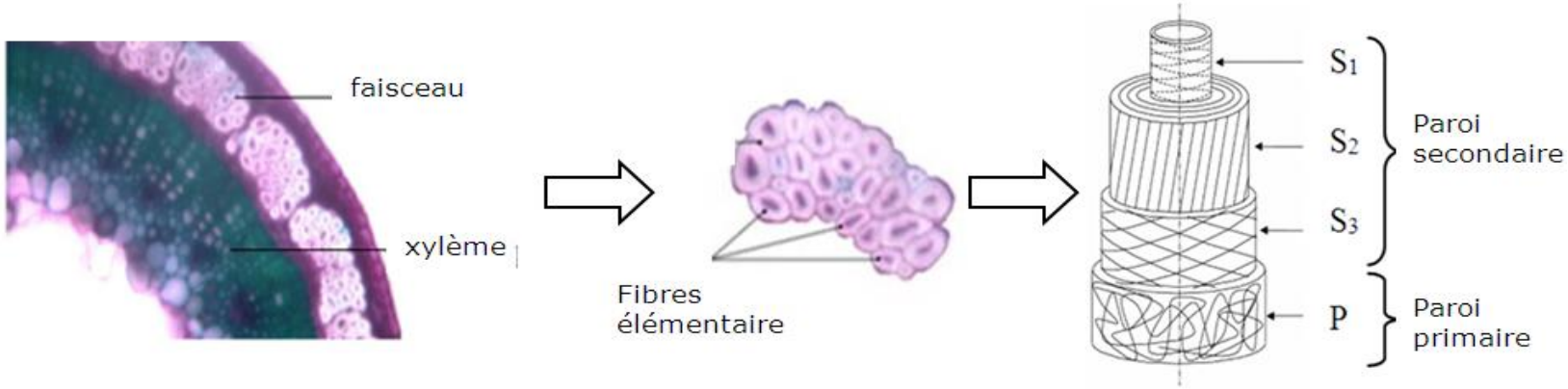


Fil de lin

Contexte

- Matériau bio-composite: Le lin un matériau multi-échelles

Hétérogénéité interne des fibres végétales = matériau composite



Coupe d'une tige de lin (cm)
[Morvan et al., 2003]

Faisceau de fibres (mm)
100-300 µm
[Morvan et al., 2003]

Fibre unitaire (µm)
10-30µm
[Baley et al., 2002]

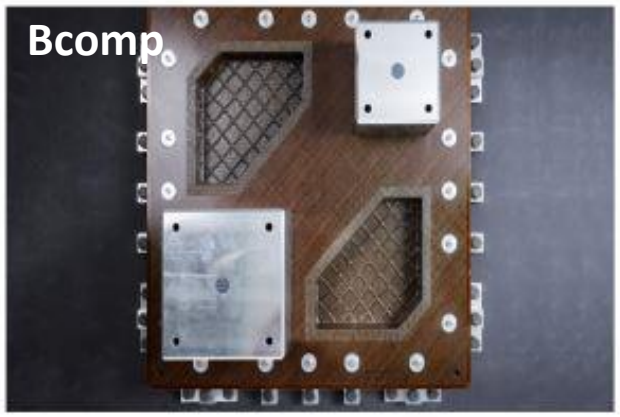
Cellulose	Hemicelluloses	Lignines	Pectines
60 – 85 %	14 – 20.6 %	1 – 3 %	1.8 – 15 %

[Bourmaud et al., 2018]

Contexte

- Bio-composites: quelques exemples à fibres de lin









- Problématique:

Comment assurer la tenue mécanique de ces structures sur le long terme?

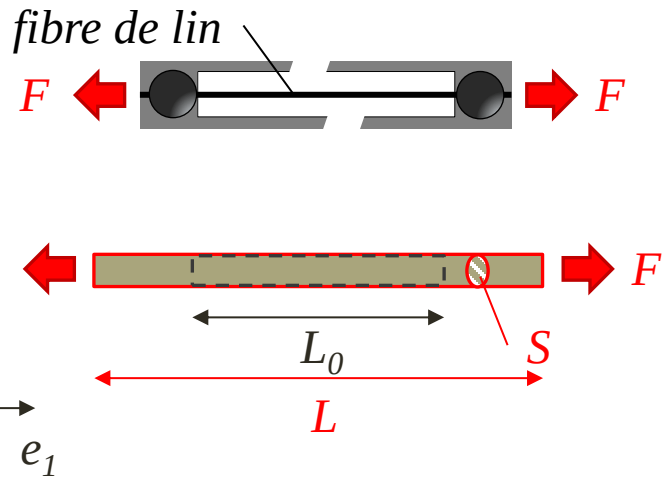
Petits rappels de base en mécanique

- **Exemple sur une fibre unitaire**
- **Généralisation aux composites**

La mécanique: de quoi on parle?

- Un exemple simple sur une fibre de lin

Traction uniaxiale

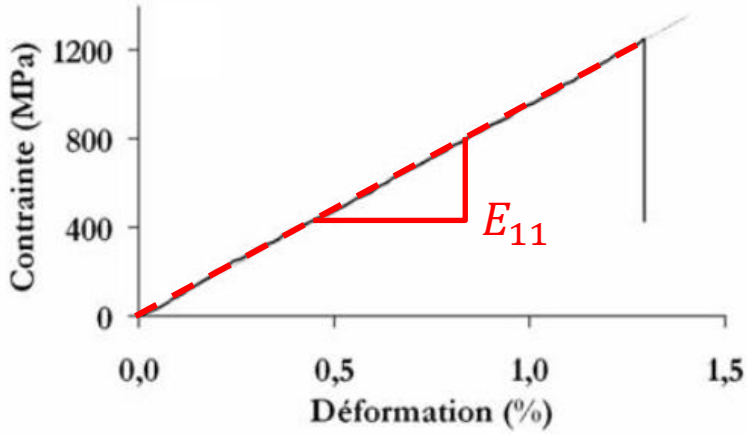


Hypothèses:
Matériau homogène
Comportement isotrope
Section S constante
Petites déformations

Déformation de Cauchy : $\varepsilon_1 = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0}$ $(en\ \%)$

Contrainte normale : $\sigma_1 = \frac{F}{S}$ $(en\ Pa)$

Exemple expérimental [Charlet 2008]



$\sigma_1 = E_{11}\varepsilon_1$

E_{11}: Module élastique suivant la direction 1

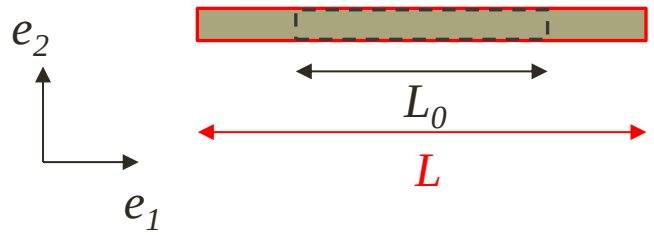
Loi de comportement linéaire 1D
« Loi de Hooke »

La mécanique: de quoi on parle?

- Un exemple simple sur une fibre de lin

Augmentation de température

$$\Delta T > 0$$



$$L = L_0 + L_0 \alpha_1 \Delta T$$

$$\varepsilon_1^{th} = \frac{L - L_0}{L_0} = \alpha_1 \Delta T$$

α_1: coefficient de dilatation thermique

Hypothèses:
Matériau homogène
Comportement isotrope
Section S constante
Petites déformations

Généralisation

$$\varepsilon_1^{tot} = \varepsilon_1 + \varepsilon_1^{th} \Rightarrow \varepsilon_1 = \varepsilon_1^{tot} - \varepsilon_1^{th}$$

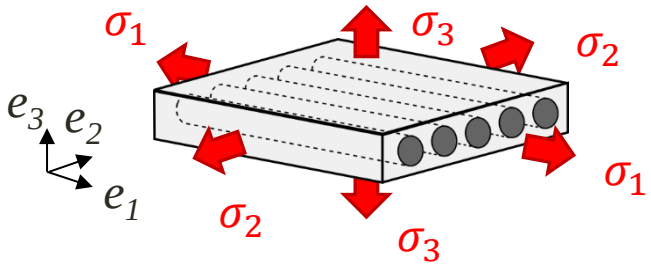
$$\sigma_1 = E_{11}\left(\varepsilon_1^{tot} - \varepsilon_1^{th}\right)$$

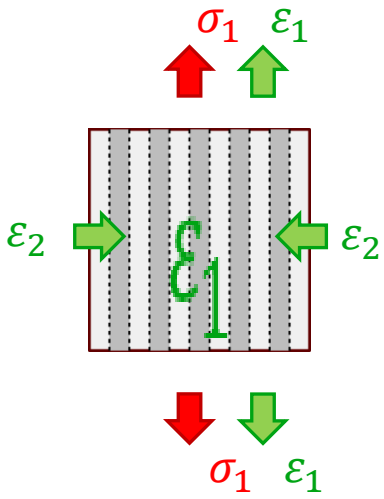
Loi de comportement 1D thermo-élastique

Généralisation aux matériaux composites

- Comportement anisotrope

Traction uniaxiale





$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E_{11}}\sigma_1 \qquad \varepsilon_1 = -\nu_{21}\frac{\sigma_2}{E_{22}} \qquad \varepsilon_1 = -\nu_{31}\frac{\sigma_3}{E_{33}}$$

$$\varepsilon_2 = -\nu_{12}\frac{\sigma_1}{E_{11}} \qquad \varepsilon_2 = \frac{1}{E_{22}}\sigma_2 \qquad \varepsilon_2 = -\nu_{32}\frac{\sigma_3}{E_{33}}$$

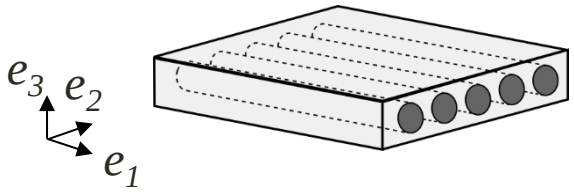
$$\varepsilon_3 = -\nu_{13}\frac{\sigma_1}{E_{11}} \qquad \varepsilon_3 = -\nu_{23}\frac{\sigma_2}{E_{22}} \qquad \varepsilon_3 = \frac{1}{E_{33}}\sigma_3$$

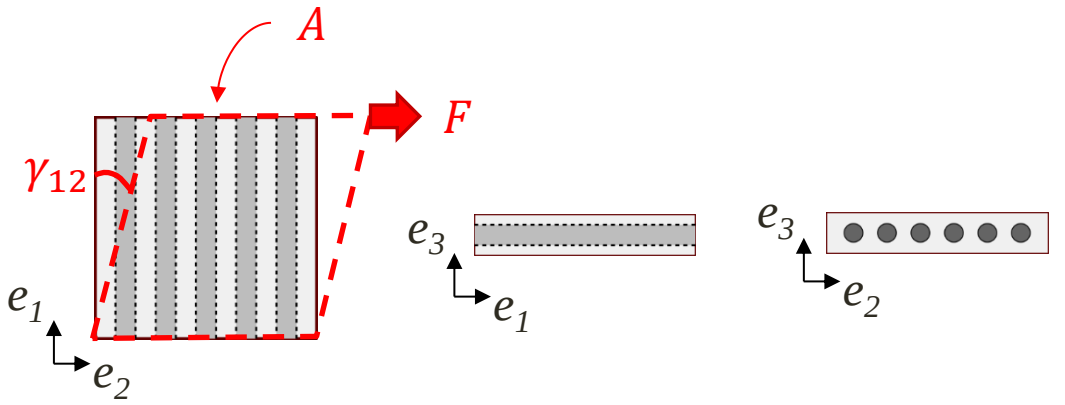
ν_{ij}: coefficient de Poisson

Généralisation aux matériaux composites

- Comportement anisotrope

Cisaillement plan



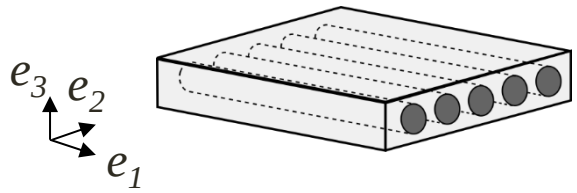


$$\tau_{12} = \frac{F}{A} = G_{12}\gamma_{12} \qquad \tau_{13} = G_{13}\gamma_{13} \qquad \tau_{23} = G_{23}\gamma_{23}$$

Généralisation aux matériaux composites

- Comportement anisotrope

Relation générale



$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{13} \\ \gamma_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} 1/E_1 & -\nu_{21}/E_2 & -\nu_{31}/E_3 & 0 & 0 & 0 \\ -\nu_{12}/E_1 & 1/E_2 & -\nu_{32}/E_3 & 0 & 0 & 0 \\ -\nu_{13}/E_1 & -\nu_{23}/E_2 & 1/E_3 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1/G_{23} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/G_{13} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/G_{12} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \tau_{23} \\ \tau_{13} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix}$$

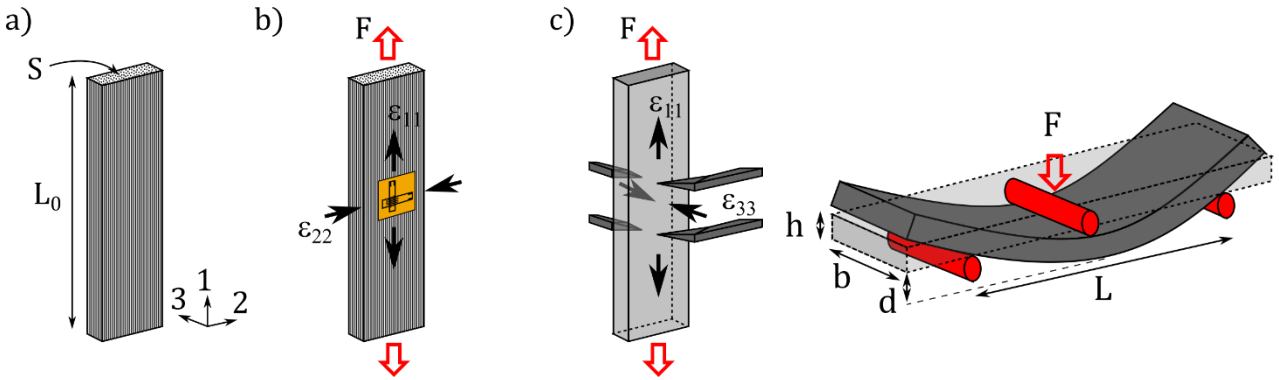
Tenseur des déformations — *Matrice de souplesse* — *Tenseur des contraintes*

Comment mesurer ces propriétés en fonction de la température et la teneur en eau?

Méthodes de caractérisation – Essais conventionnels sur composites

Comportement uniaxial

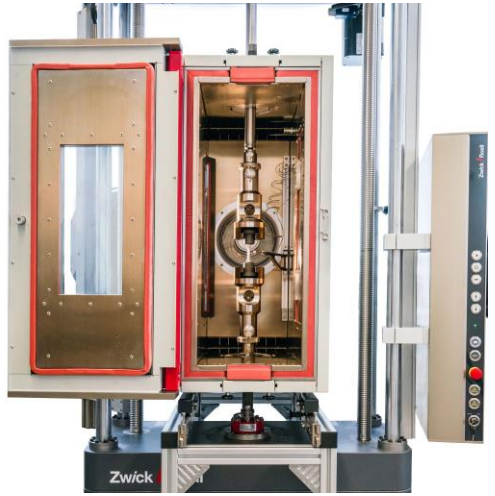
Normes: ISO 527-4, ISO 14125



a) Eprouvette seule
b) Avec jauge extensométrique bi-axiale
c) Avec extensomètre bi-axial



Machine d'essai Instron

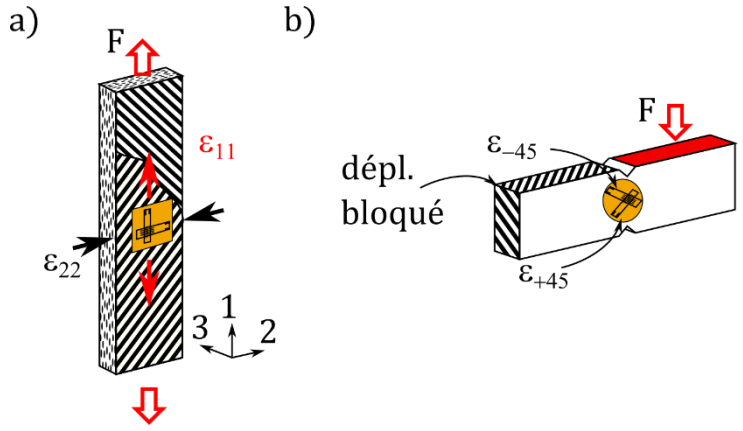


Machine d'essai Zwick et four

Méthodes de caractérisation – Essais conventionnels sur composites

Comportement en cisaillement plan

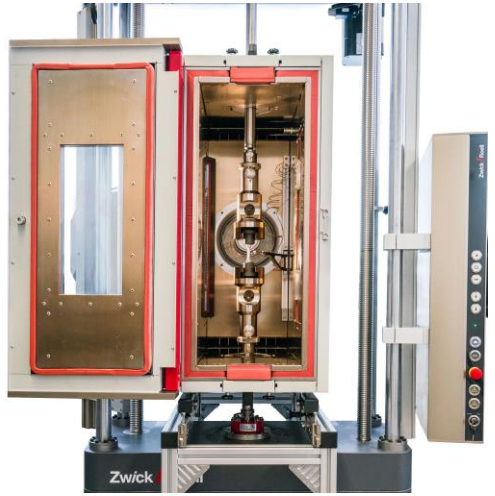
Normes: ISO 14129, ASTM D5379



a) Empilement [±45]
b) Essai « Iosipescu »



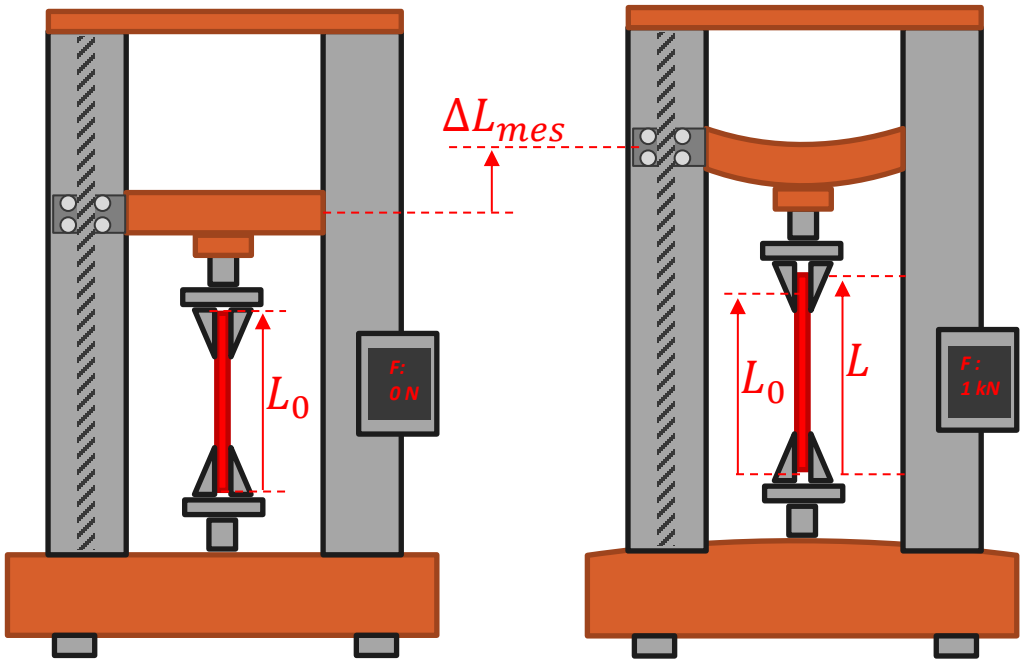
Machine d'essai Instron



Machine d'essai Zwick et four

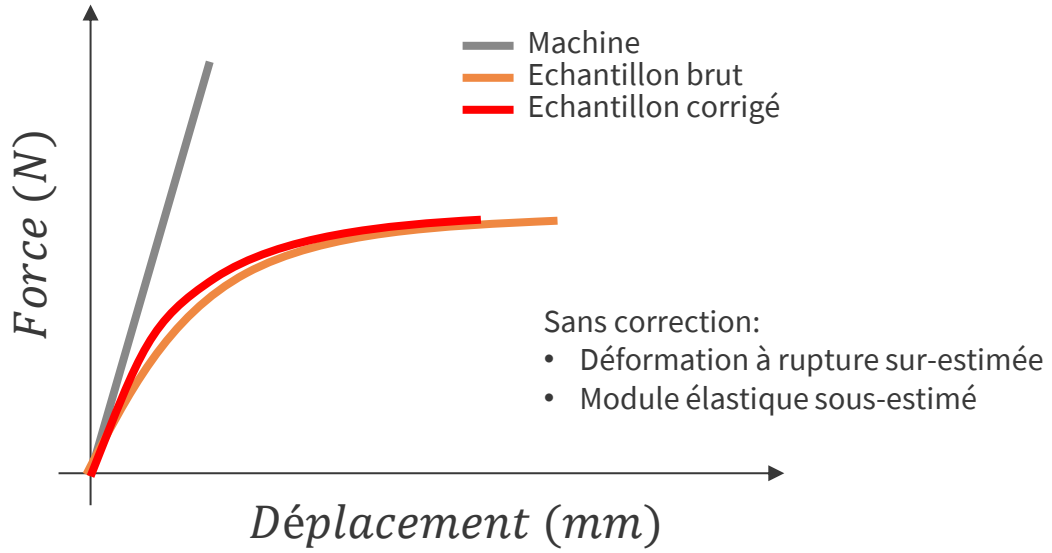
Méthodes de caractérisation – Essais conventionnels sur composites

- Attention à l'analyse des résultats sans instrumentation locale!
  - **Raideur machine à prendre en compte**



A vide *En chargement*

$$\Delta L_{éch} = L - L_0 \neq \Delta L_{mes}: \ \Delta L_{mes} = \Delta L_{éch} + \Delta L_{machine}$$



Méthodes de caractérisation – Dynamic Mechanical Analysis (DMA)

- **Essai mécanique dynamique en température**

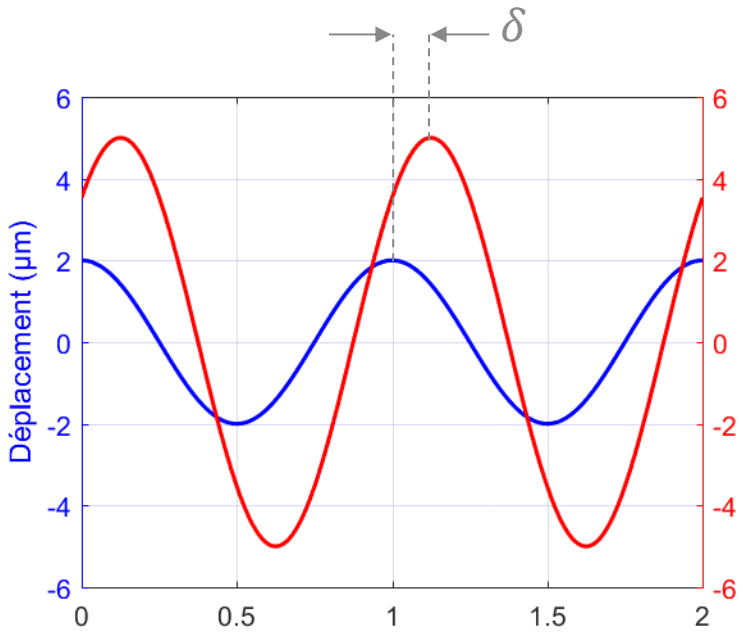
(Normes: ASTM D 7028, ASTM E 1640, ISO 6721-11)



Mettler Toledo DMA



TA Instruments DMA



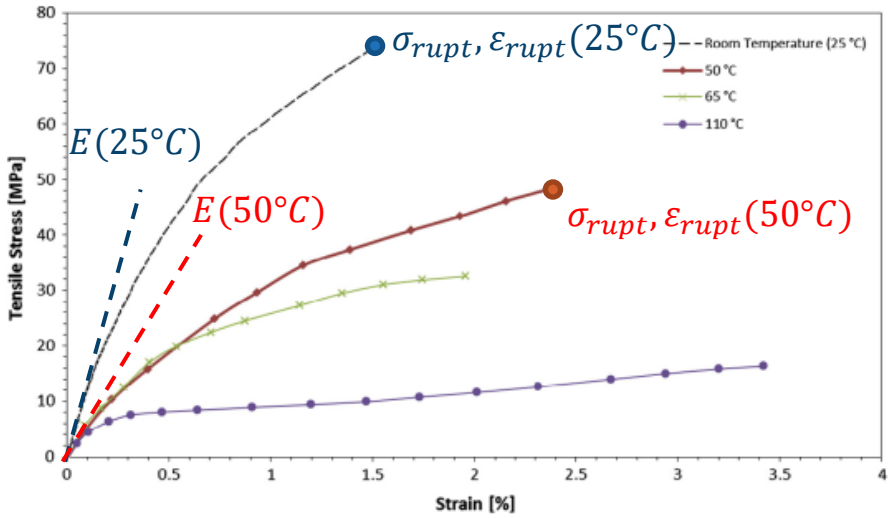
Identification du module complexe:

$$E^* = E' + iE''$$

E': module de stockage élastique
E'': module de dissipation visqueuse
$tan\delta = \frac{E''}{E'}$: facteur de perte

Essais conventionnels – Un exemple en fonction de la température

- Composite lin/PLA en traction



E. Nassiopoulos, J. Njuguna, *Materials and Design* **66**, 2015

Module d'élasticité : ↘ E avec ↗ T

Contrainte à la rupture : ↘ σ_{rupt} avec ↗ T

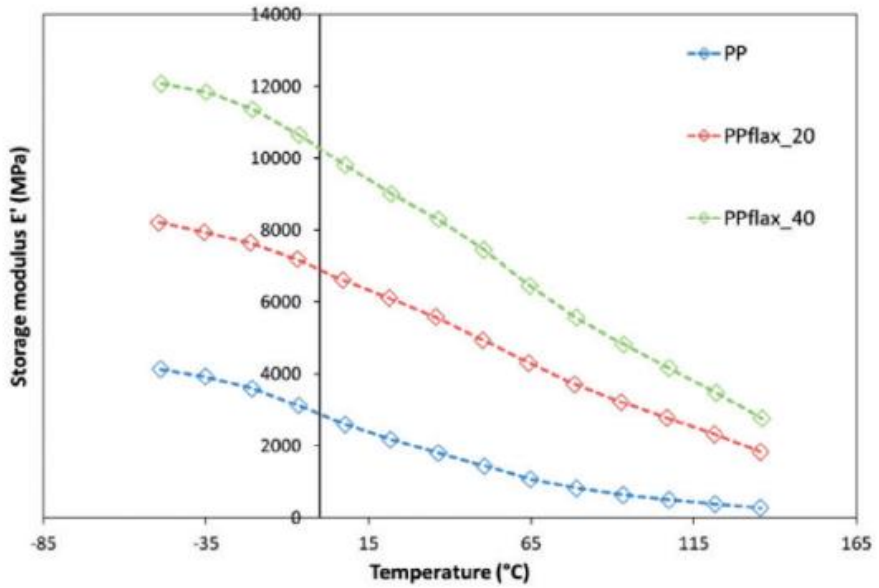
Allongement à la rupture : ↗ ε_{rupt} avec ↗ T

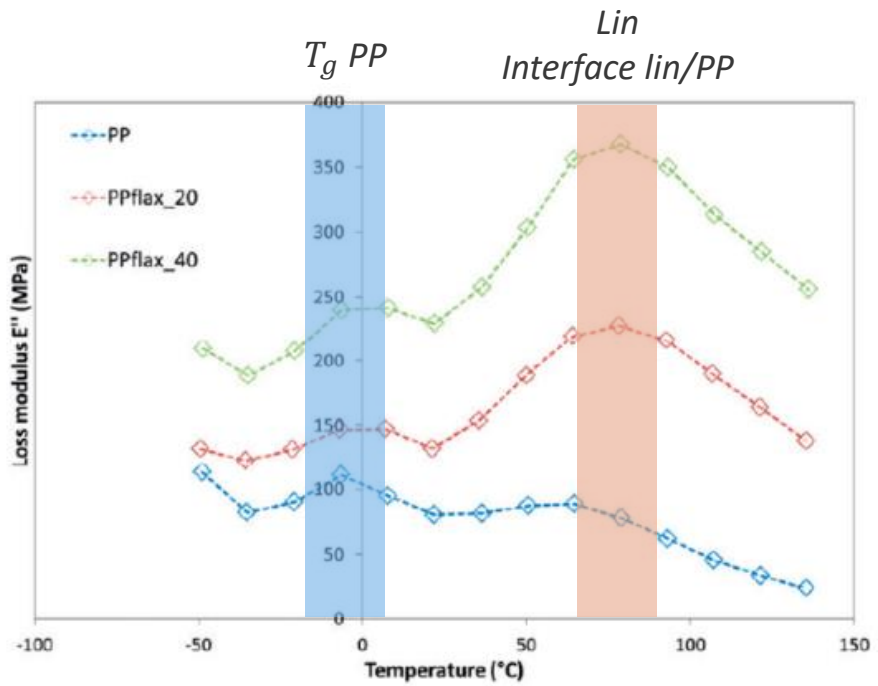
DMA – Un exemple

- Composite Lin/PP en flexion trois points



Mettler Toledo DMA





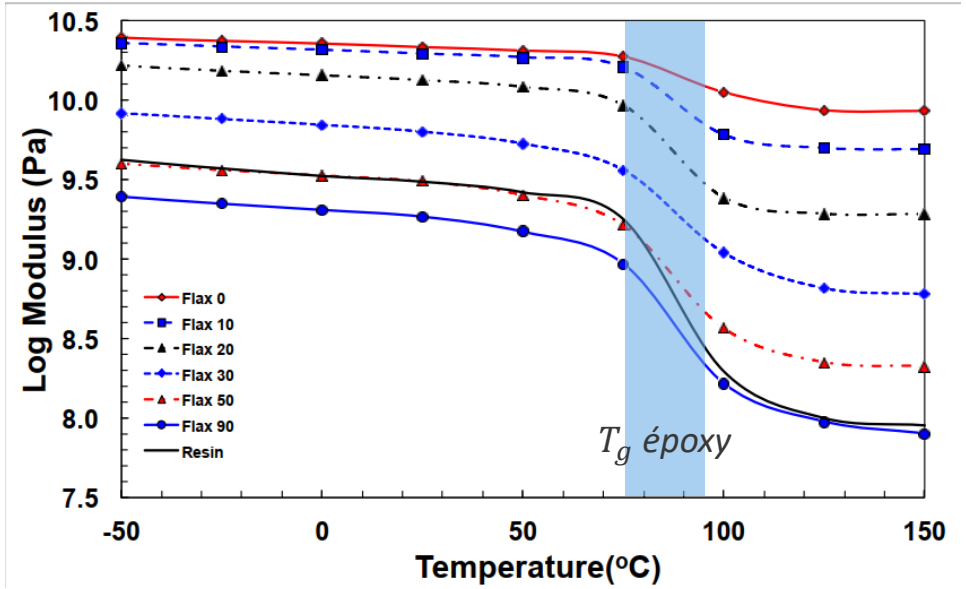
Z. El Hachem, A. Célino, et al., *J. Composite Materials* **55**, 2020

Caractérisation des fibres unitaires

- **Comment caractériser les propriétés des fibres unitaires?**
- **Quelles précautions prendre?**

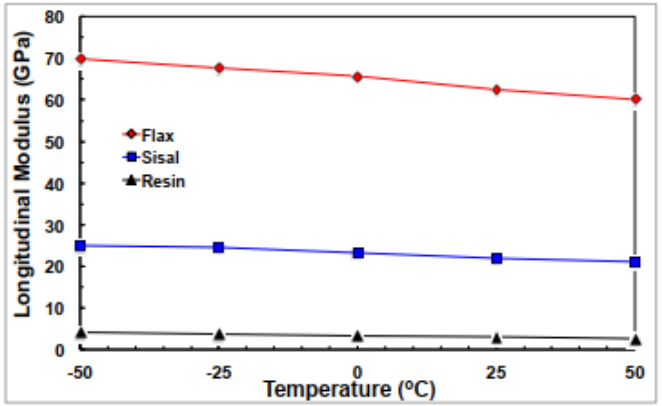
Essais conventionnels – Identification inverse des propriétés des fibres

- Essais de DMA sur résine époxy et composite lin/époxy

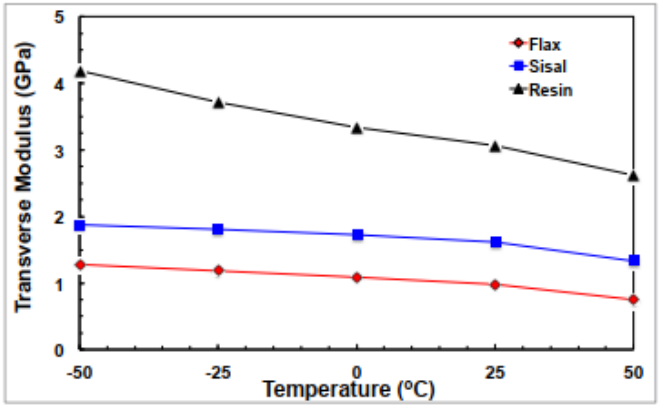


$$E_{comp\,1} = E_{f1} \times V_f + E_m \times (1 - V_f) \Rightarrow E_{f1} = \frac{E_{comp\,1} - E_m \times (1 - V_f)}{V_f}$$

$$E_{comp\,2} = \frac{1}{\frac{V_f}{E_{f2}} + \frac{1 - V_f}{E_m}} \Rightarrow \frac{1}{E_{f2}} = \frac{1}{V_f \times E_{comp\,2}} - \frac{1 - V_f}{V_f \times E_m}$$



(a)



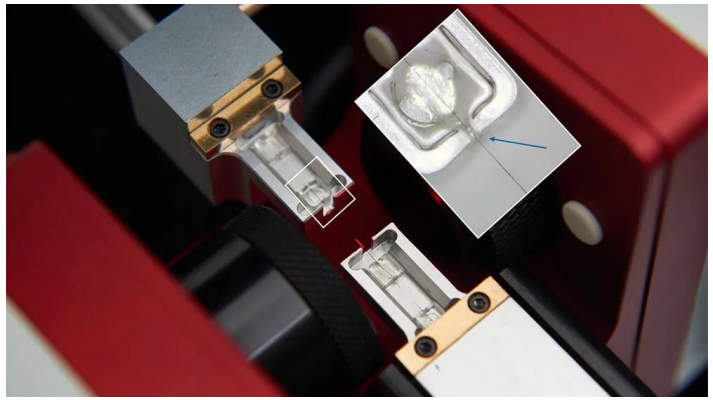
(b)

J. Thomason, L. Yang, F. Gentles, *Fibers* **5**, 2017

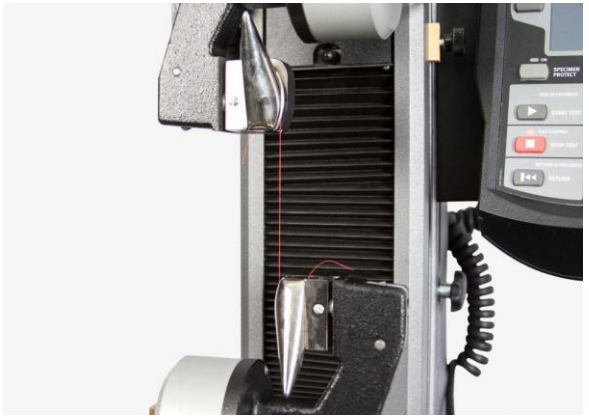
Essais conventionnels – Identification des propriétés des fibres

- Plusieurs standards et normes:

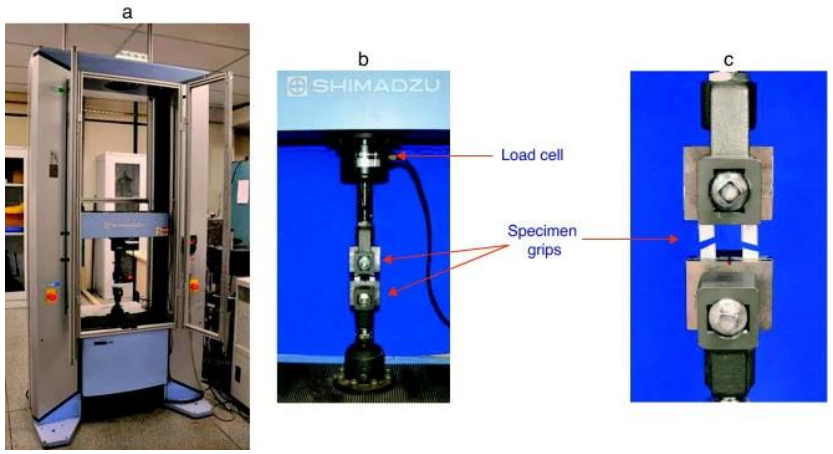
  ASTM D3822, ASTM C1557, NF T 25-501-2



Diastron fibra.stress



ASTM D3822



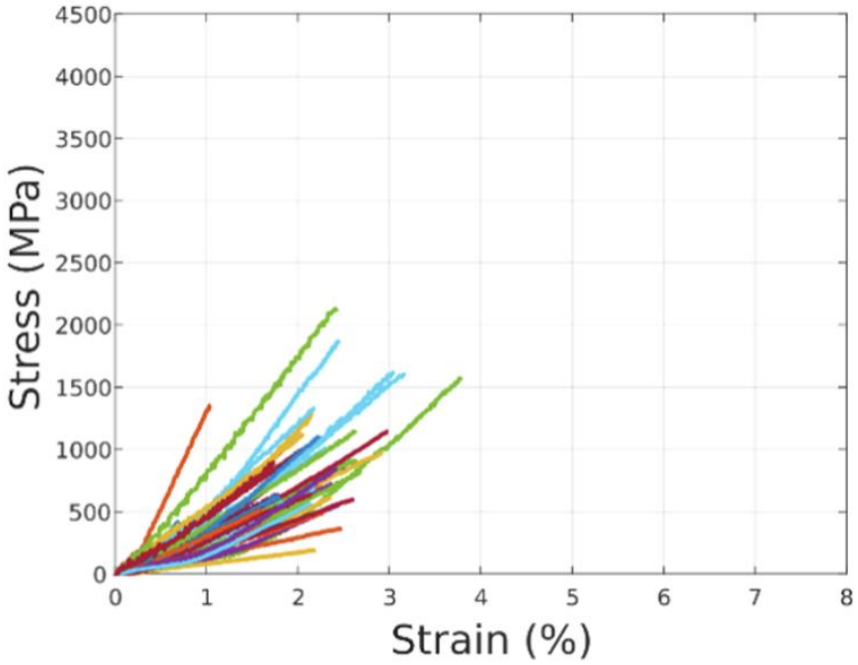
ASTM C1557

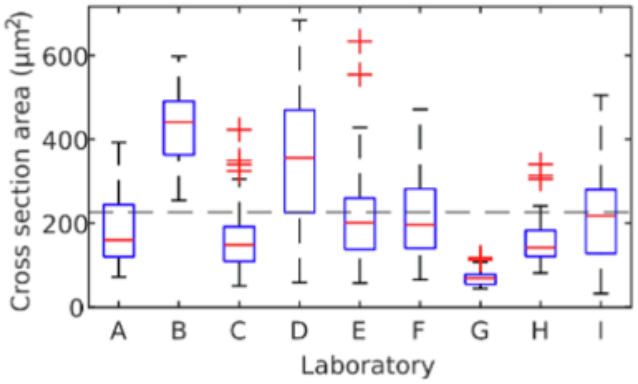
Points importants:

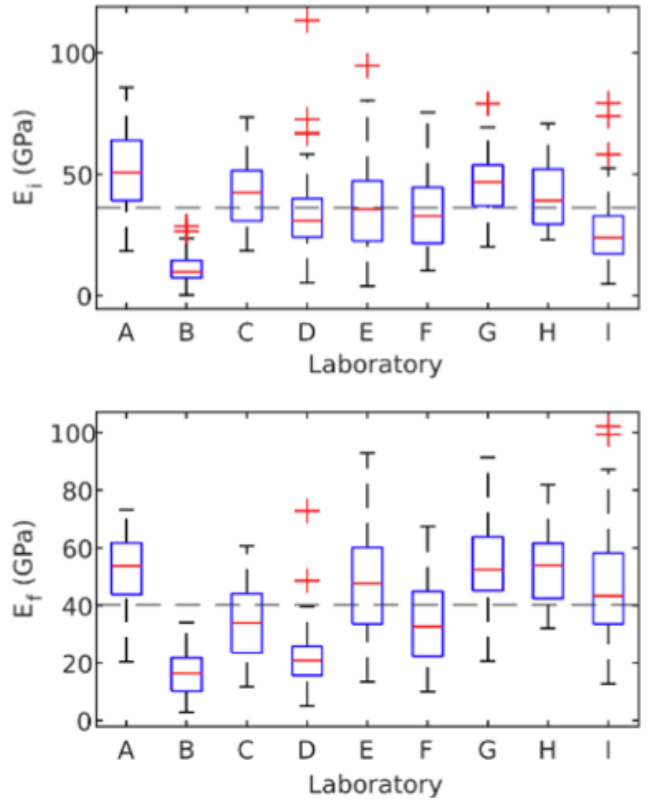
- Prise en compte de la section « réelle » de la fibre
- Correction de la raideur de la machine
- Prise en compte du glissement/alignement de la fibre
- Variabilité intrinsèque

Essais conventionnels – Identification des propriétés des fibres

- Un exemple, mené par 9 laboratoires différents sur du lin:



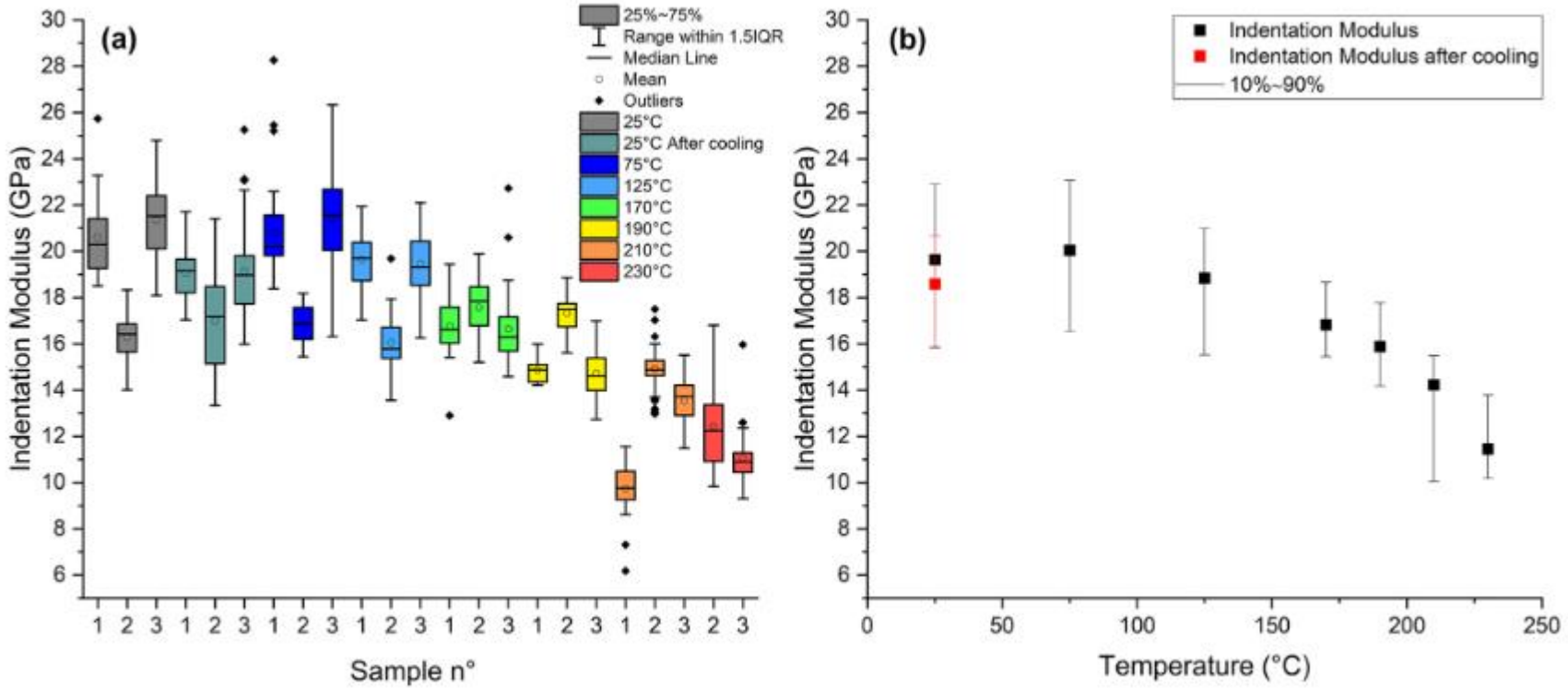




T. Jeannin, G. Arnold, A. Bourmaud et al., *Composites Part A* **185**, 2024

Essais non conventionnels – Quelques exemples en fonction de la température

- Fibres de lin en compression longitudinale par nanoindentation

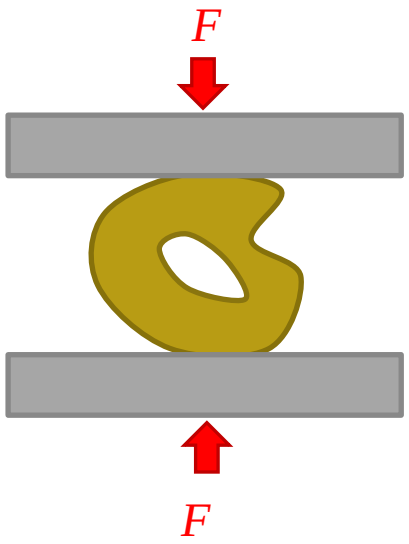


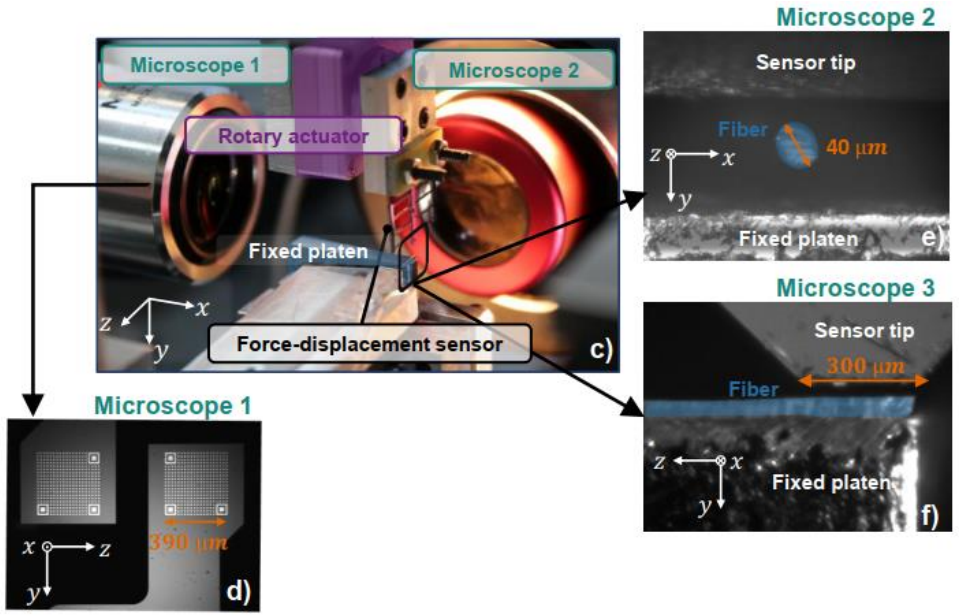
Module d'élasticité : ↘ E avec ↗ T

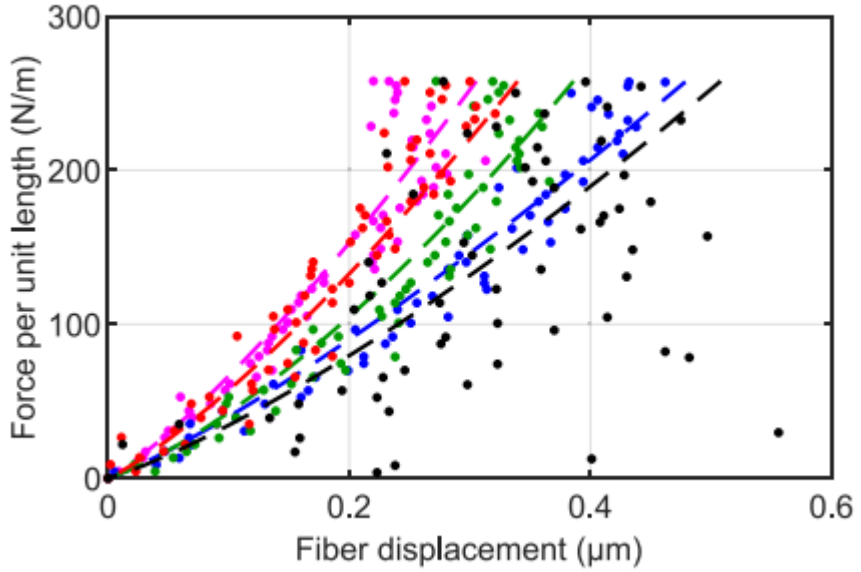
E. Guillou, L. Dumazert, C. Gaër et al., *Carbohydrate Polymers* **321**, 2023

Essais non conventionnels – Quelques exemples en fonction de la température

- Fibres de lin en compression transverse (SFTCT: Single Fibre Transverse Compression Test)







$$E_2 = 1{,}71 \pm 0{,}39\ GPa$$

J. Govilas, *PhD Thesis, Université de Franche-Comté*, 2023

Caractérisation en fonction de la teneur en eau

- **Comment caractériser le caractère hydrophile des polymères et des fibres ?**
- **Quelles sont les conséquences pour les propriétés des fibres et des composites ?**

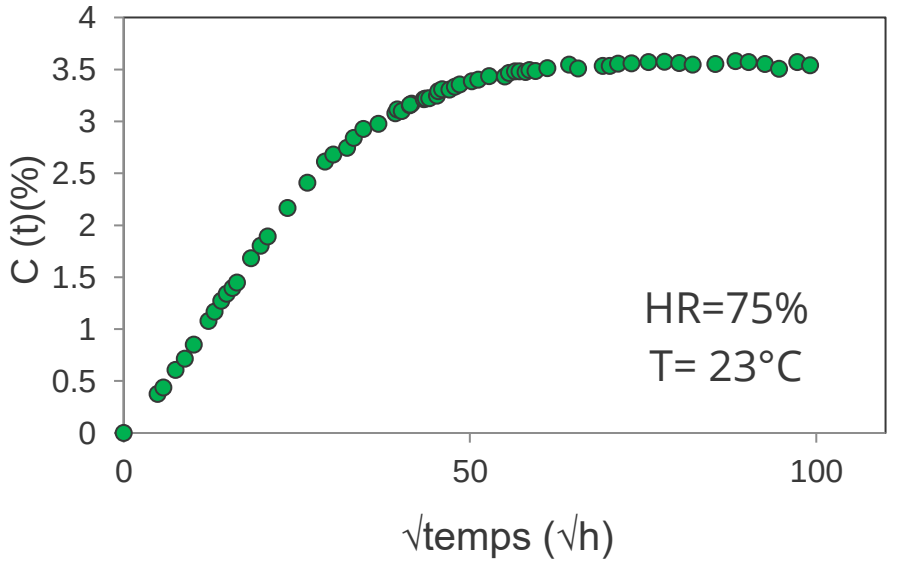
Diffusion d'humidité : mesures d'absorption ou désorption d'eau

Teneur en eau quantifiée par l'intermédiaire d'une **variation de masse** : fraction massique d'eau rapportée à la masse initiale du matériau sec.

Cinétique de diffusion = évolution de la teneur en eau en fonction du temps.



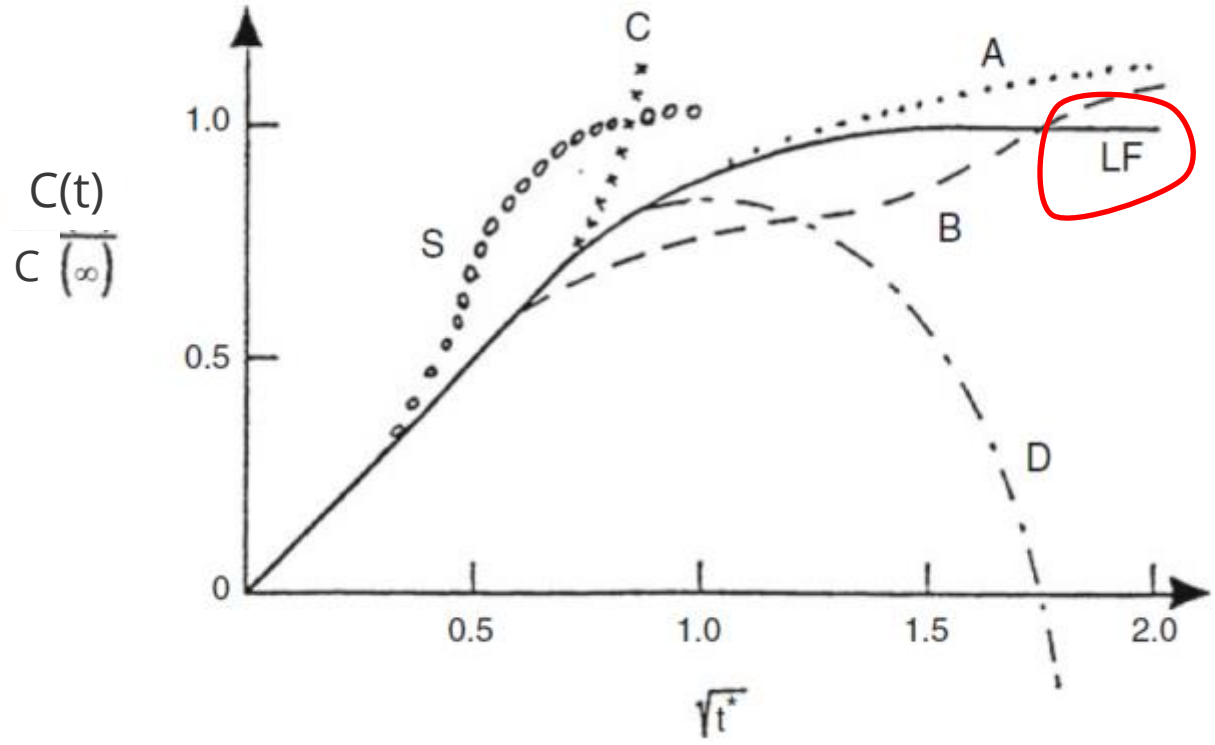
$$C(t) = 100 \times \frac{m(t) - m_0}{m_0}$$



Exemple d'une cinétiques de sorption d'échantillons de biocomposites PP/lin *[El Hachem et al., 2019]*

Exemples de cinétiques de diffusion

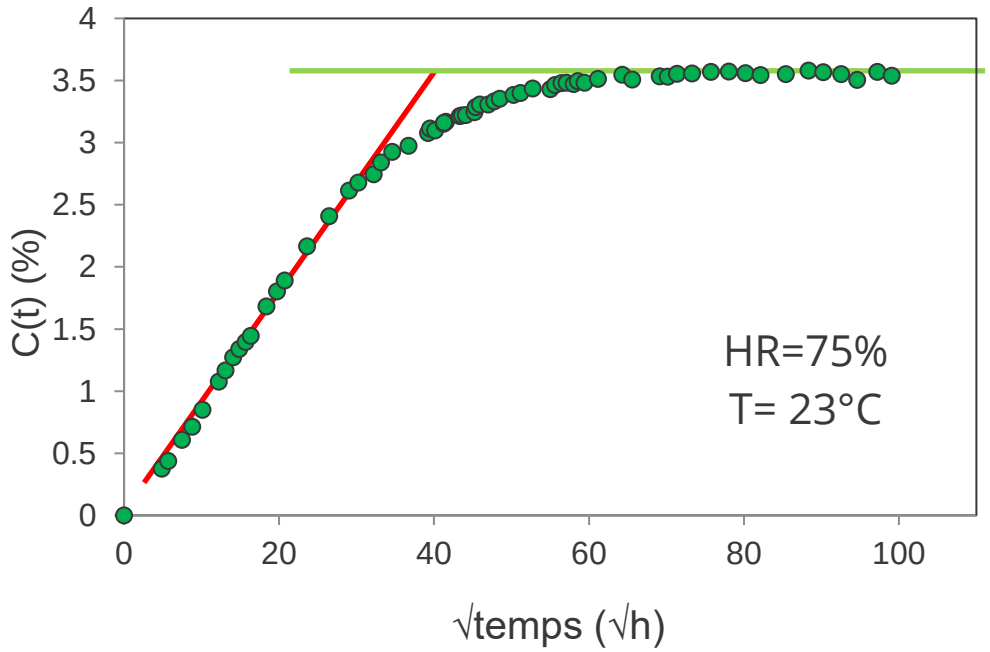
6 grandes familles de cinétiques de diffusion



[Weitsman, 2012]

Diffusion d'humidité: mesures d'absorption ou désorption d'eau

Identification de paramètres de diffusion selon des modèles de diffusion en utilisant les solutions analytiques développées par *Crank, 1975*



Le coefficient de diffusion: D

Rapport entre le flux de matière diffusante et le gradient de concentration de cette espèce.

- Dépend de la température (loi d'Arhenius)

La capacité maximale d'absorption d'humidité: C_∞

Teneur en eau atteinte en régime permanent

- Dépend de HR et T

Méthode : Suivi gravimétrique à HR et T°C contrôlée (en enceinte climatique ou en DVS – Dynamic Vapor Sorption)

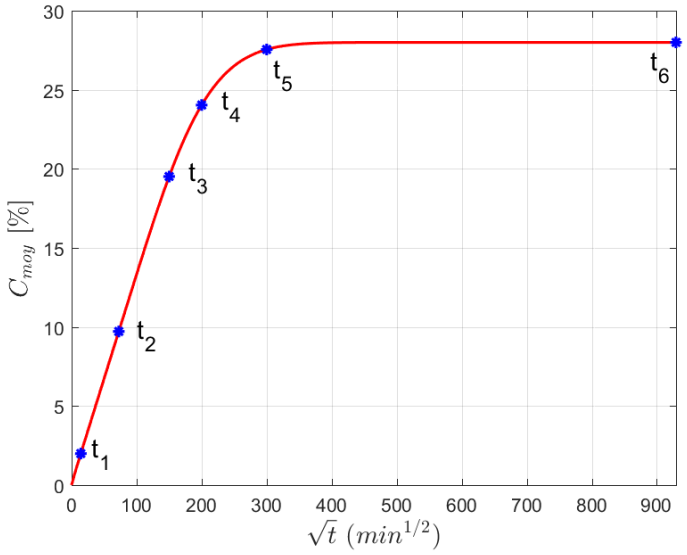
Diffusion d'humidité: distribution de teneur en eau

Loi de Fick, 1D

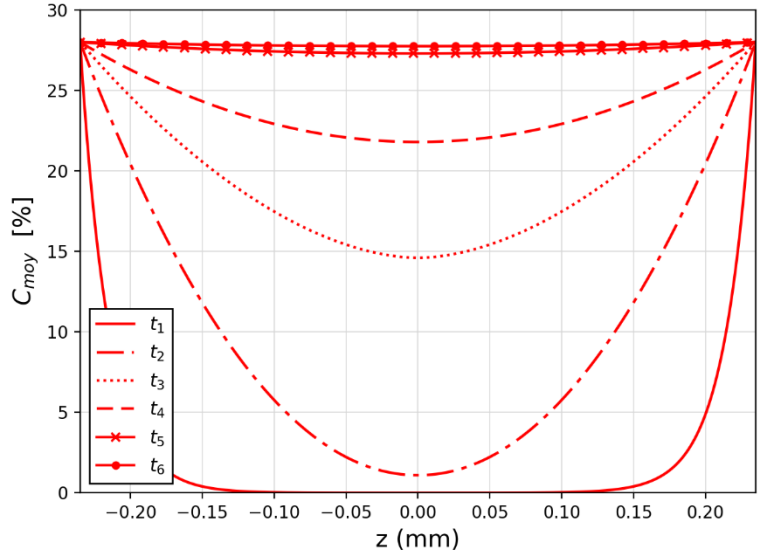
$$C\,(x,t) = (C_\infty - C_0) \times \left[1 - \frac{4}{\pi}\sum_{n=0}^{\infty}\frac{(-1)^n}{2n+1}e^{\left\{\frac{-D(2n+1)^2\pi^2 t}{4l^2}\right\}}\cos\left(\frac{(2n+1)\pi x}{2l}\right)\right] + C_0$$

Difficile à mesurer expérimentalement!!

Teneur en eau macroscopique



Gradient de teneur en eau locale



Gradient de teneur en eau locale induisant un gonflement différentiel responsable de l'apparition de contraintes internes

L'absorption d'humidité: la capacité maximale d'absorption

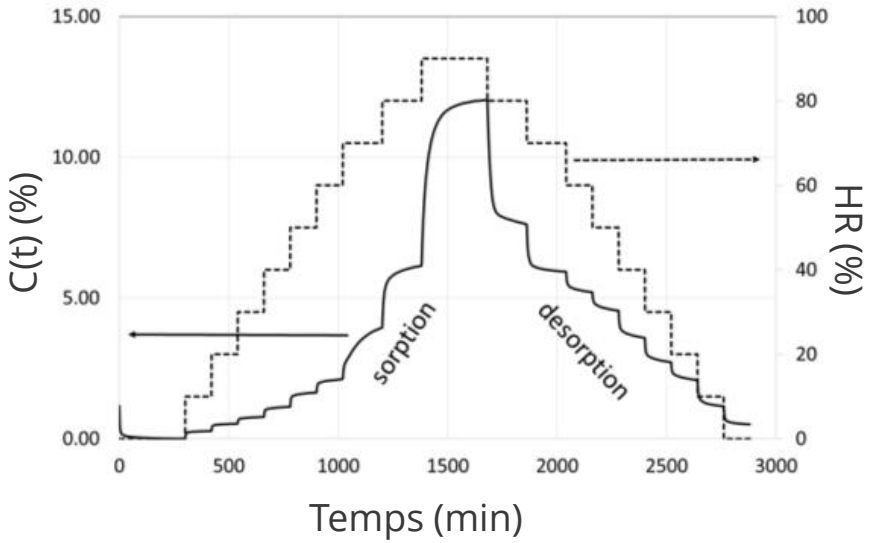
Outils de caractérisation :

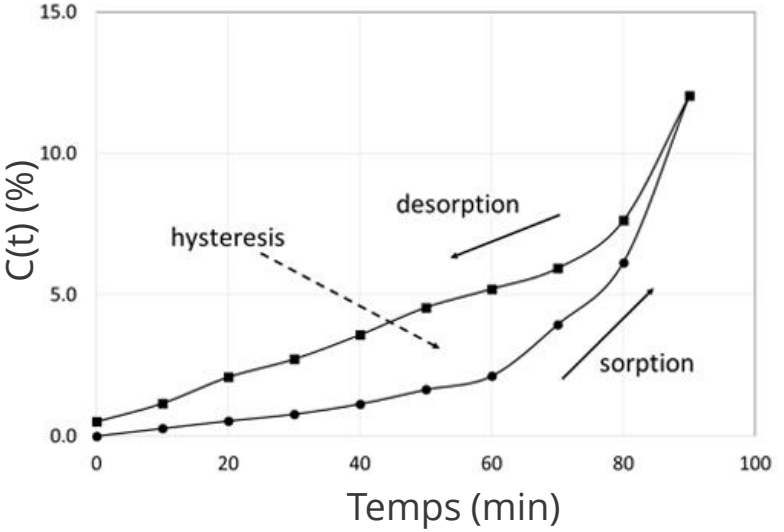
DVS (Dynamic Vapor Sorption): suivi de l'évolution temporelle de la masse d'échantillons à T°C et HR contrôlées

Échantillon = quelques mg → VER?



DVS IGASorp



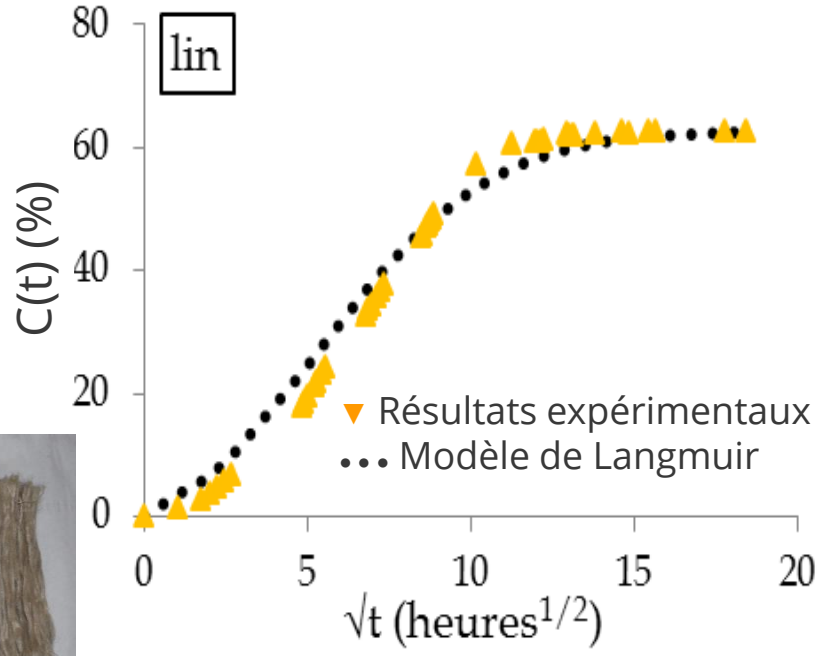


Diffusion d'humidité à l'échelle des fibres

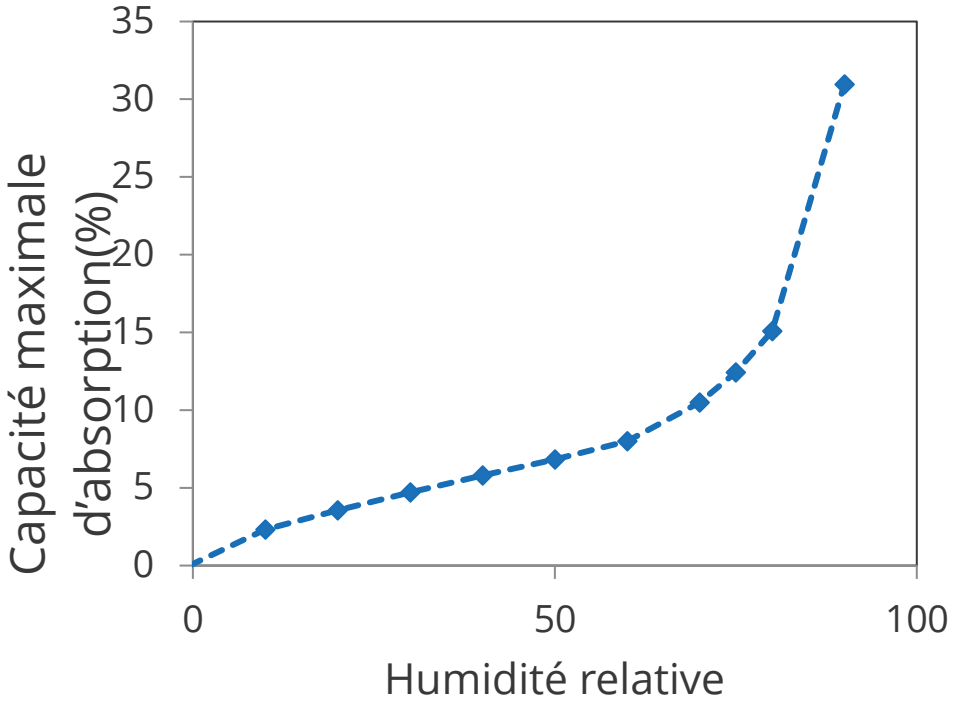
Forte absorption d'eau

Cinétique d'absorption de fibres de lin en immersion





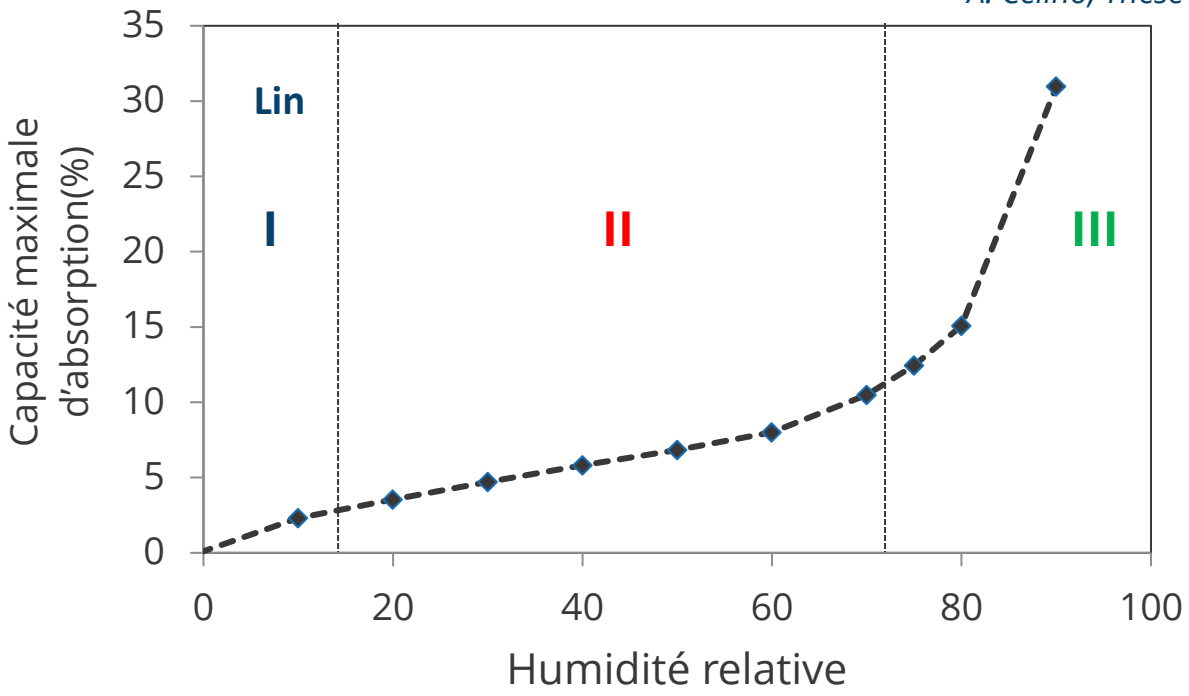
Isotherme de sorption de fibres de lin (obtenu en DVS)



A. Célino, Thèse de doctorat de l'Université de Nantes, 2013

Diffusion d'humidité à l'échelle des fibres

A. Célino, Thèse de doctorat de l'Université de Nantes, 2013



[Modèle de Park, 1986]

$$C_{\infty} = \frac{a\,p_e}{1 + b p_e} + S\,p_e + k_a\,p_e^n$$

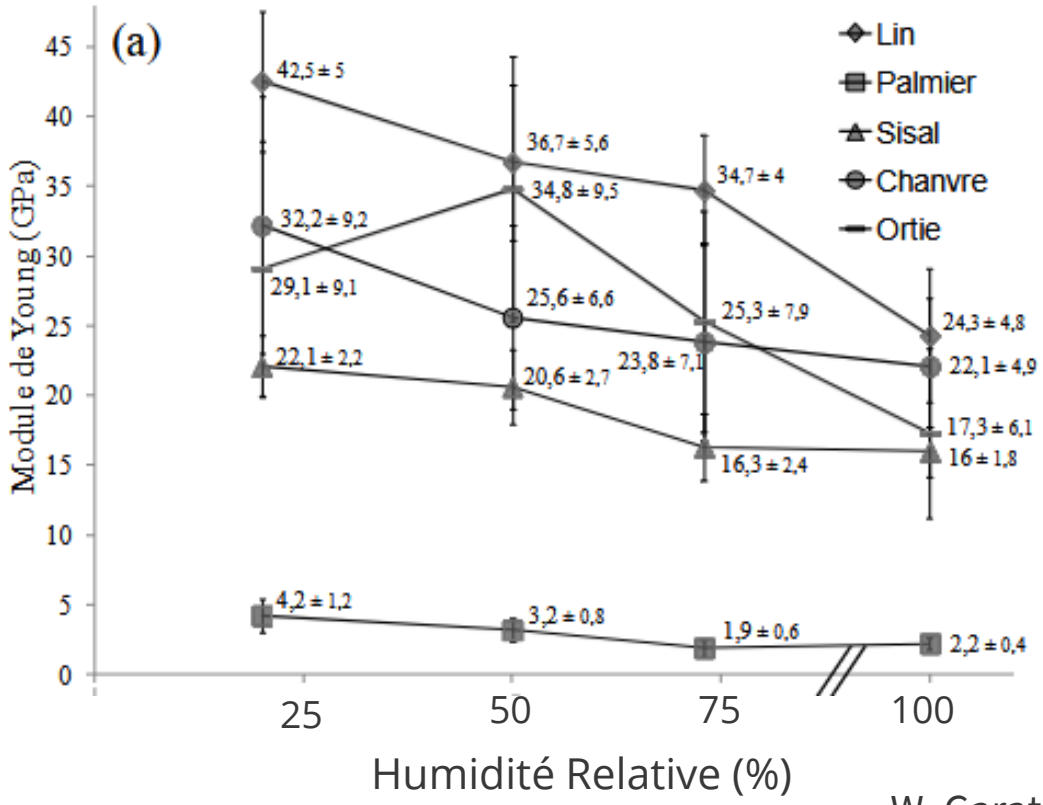
I/ Absorption sur des sites hydrophiles (loi de Langmuir)

II/ Absorption sur des sites non spécifiques (loi de Henry)

III/ Phénomène d'agglomération des molécules d'eau

Influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques des fibres

Essais de traction sur fibres unitaires → Diminution de E avec HR



Points de vigilance:

- Conditionnement initial des fibres
- Forte variabilité des fibres – multiplier les essais
- Essais réalisés sous environnement contrôlé?
- Quelle section considérée pour l'évaluation de E

W. Garat, S. Corn, N. Le Moigne et al., *J. Compos. and Adv. Mater.*, 2021

Conséquences de l'absorption d'eau : Gonflement hygroscopique des fibres de lin

$$\varepsilon^{hy} = \beta \Delta c$$

Type of fibre	**Range of determination**	β_r (% **def** / %MC)
Elementary fibre	23 °C 20%RH to 100 %RH	1.14
Fibre bundle (technical fibre)	23 °C 20, 50, 73 %RH	1.67
Flax yarn embedded in epoxy matrix	20 °C Immersion	$4.7 .10^{-2}$
Flax yarn	20 °C 8, 45, 75, 97 %RH	1.07

Coefficient de dilatation hygroscopique radial de fibres de lin *[Popineau, 2021]*

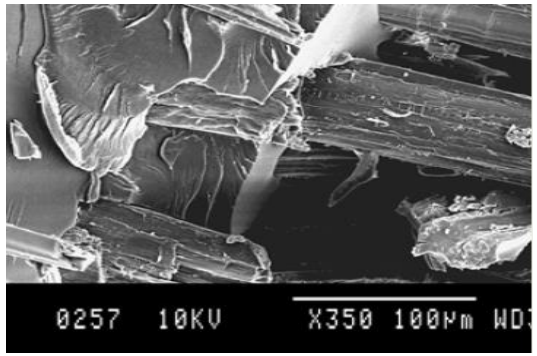
Conséquences à l'échelle du composite: Développement de contraintes internes

Fibres de lin + Matrice polymère = Biocomposite

Sensibilité à l'humidité

- Absorption d'eau
- Abattement des propriétés mécaniques
- Gonflement hygroscopique

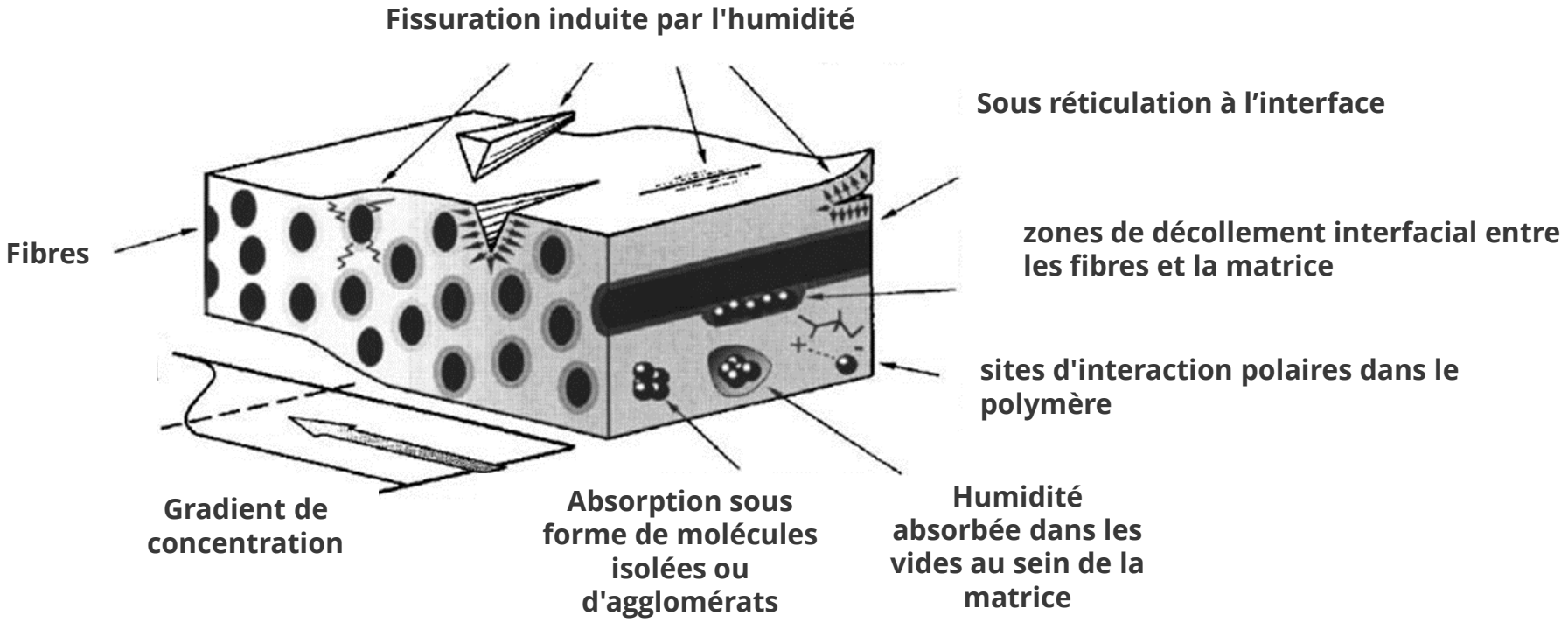
Conséquences
- Gonflement différentiel?
- Développement de contraintes internes
- Endommagement?



Dhakal et al., 2007

Mécanismes de diffusion dans les composites

[Bond et Smith, 2006]



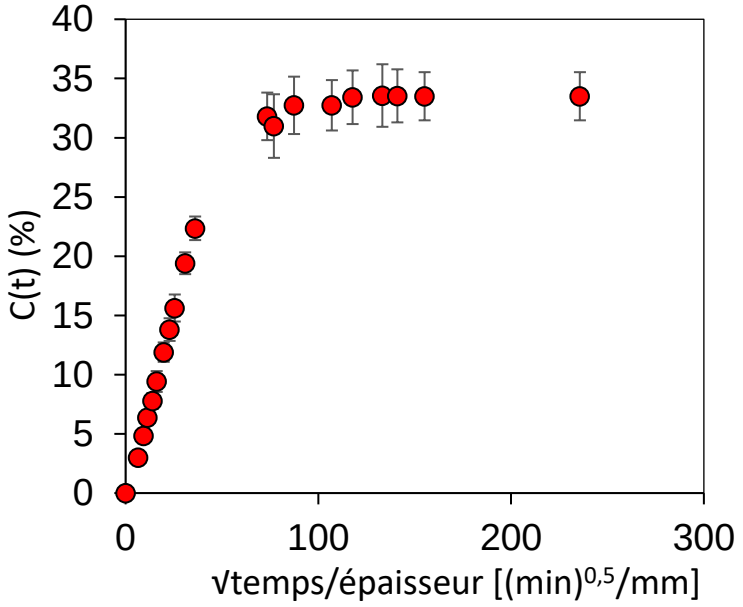
Diffusion d'humidité à l'échelle de composites

[Péron et al., 2020]

$$\varepsilon^{hy} = \beta \Delta c$$

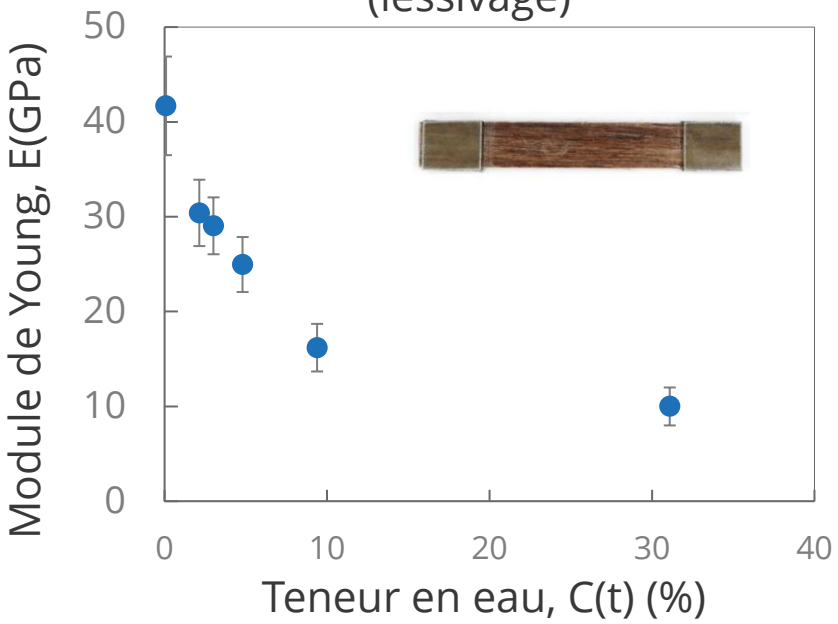
Absorption d'humidité

Cinétique suivant une loi de Fick



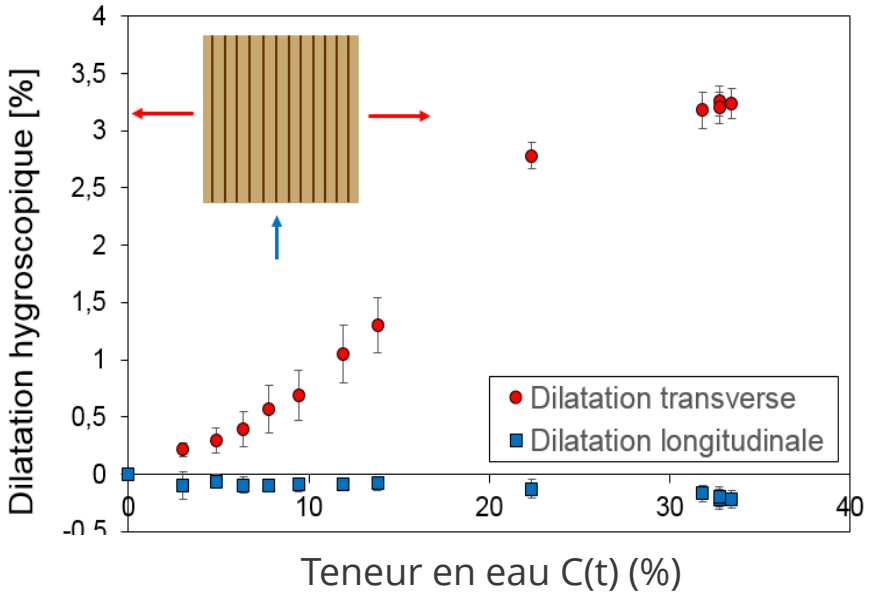
Dégradation des propriétés mécaniques

réversible (plastification) ou irréversible (lessivage)



Gonflement hygroscopique

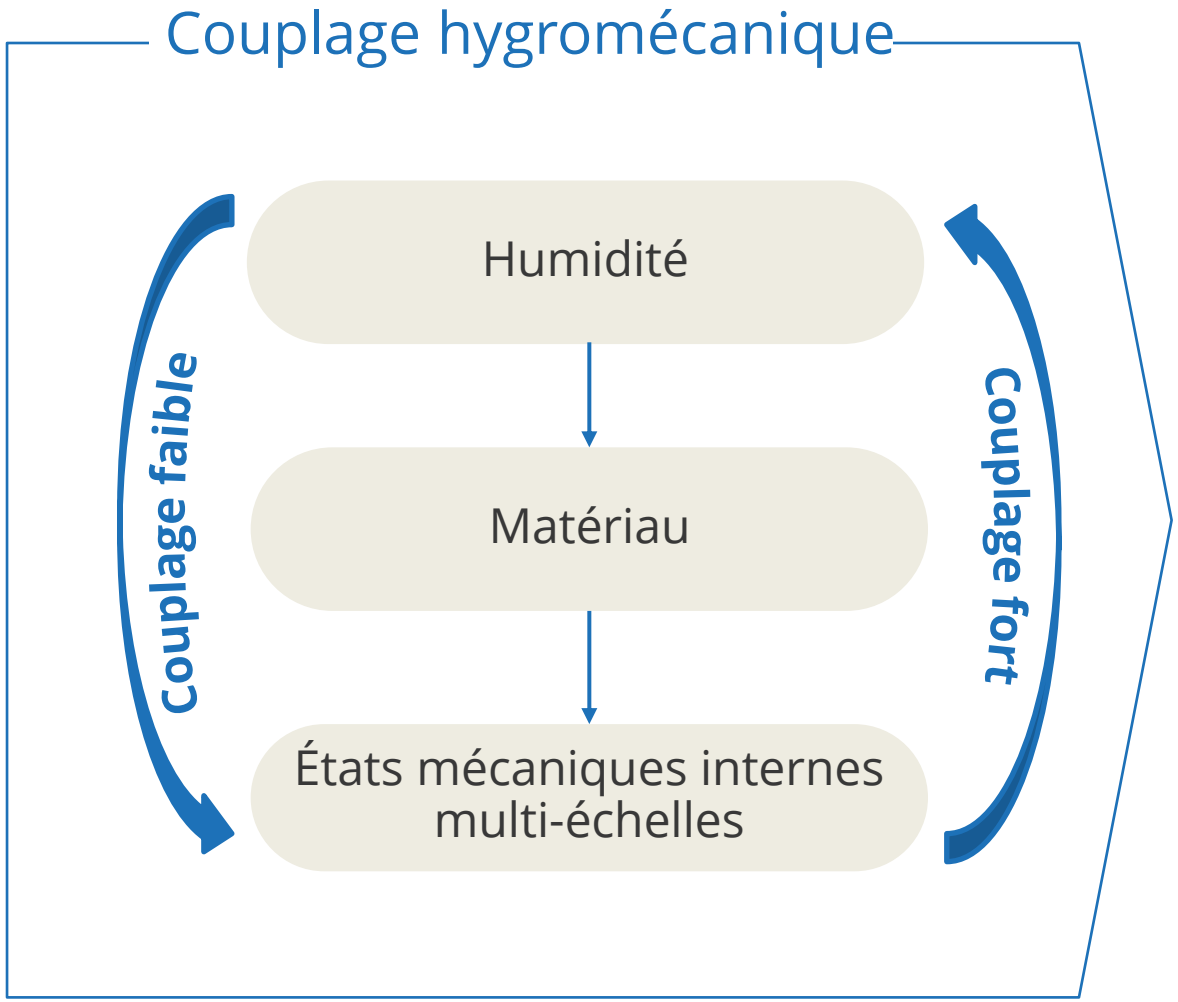
(contraintes de gonflement différentiel)



Verrous et enjeux actuels

- **Notion de couplages hygro-mécanique**
- **Un exemple intéressant**

Notion de couplages hygromécaniques

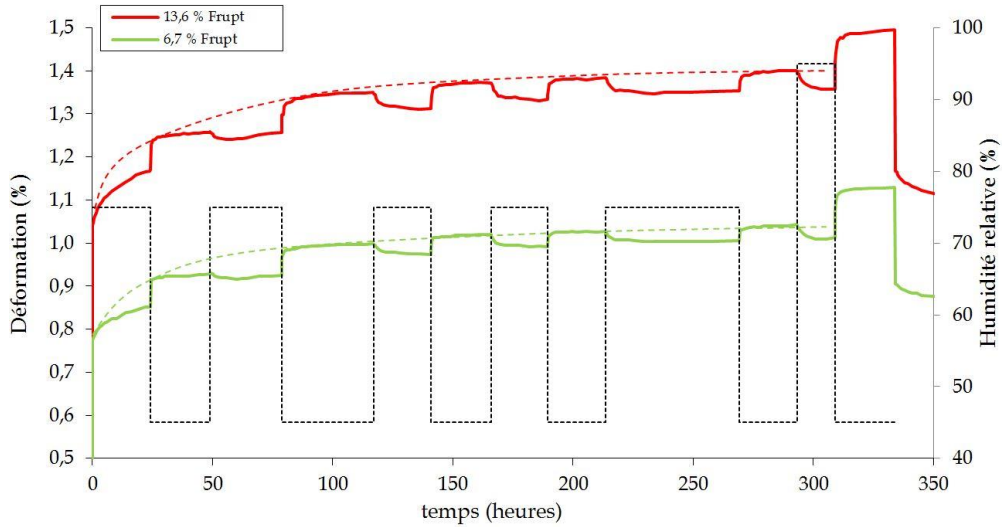


Couplages hygro-mécaniques

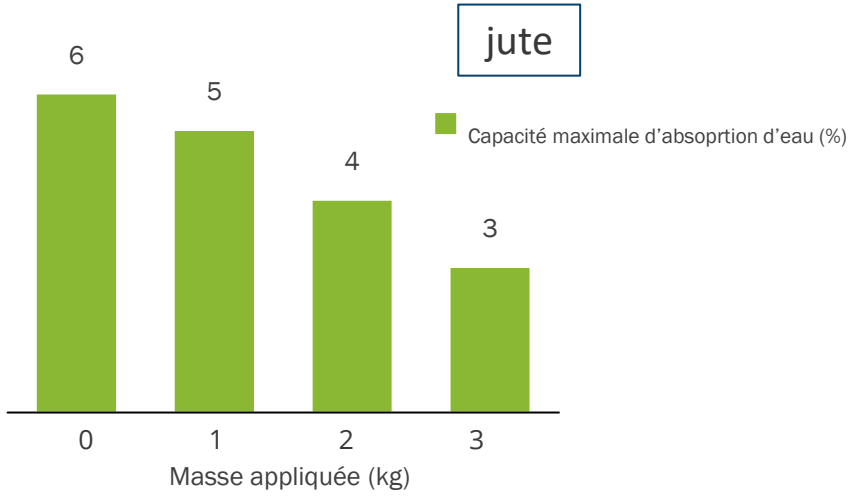
Exemples de

A l'échelle des fibres

Couplage fort



Phénomène de mécanosorption : Activation du fluage par des cyclages hyrgoscopiques



Capacité maximale d'absorption impactée par l'intensité du chargement appliqué

Célino, 2013

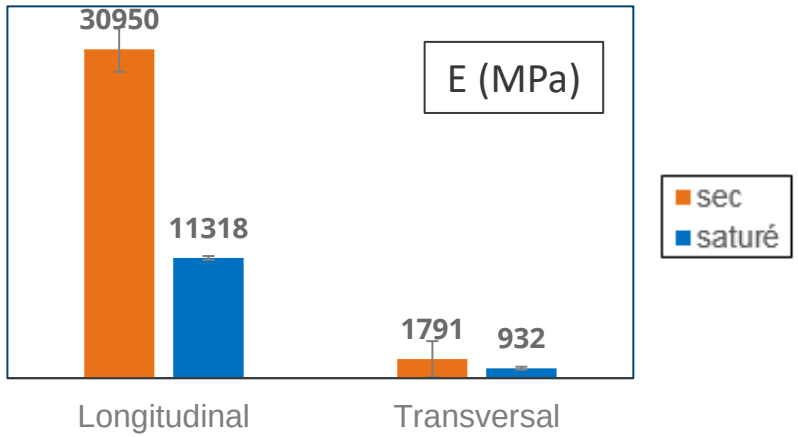
Couplages hygro-mécaniques

Exemples de

A l'échelle des composites *[Péron et al., 2019]*

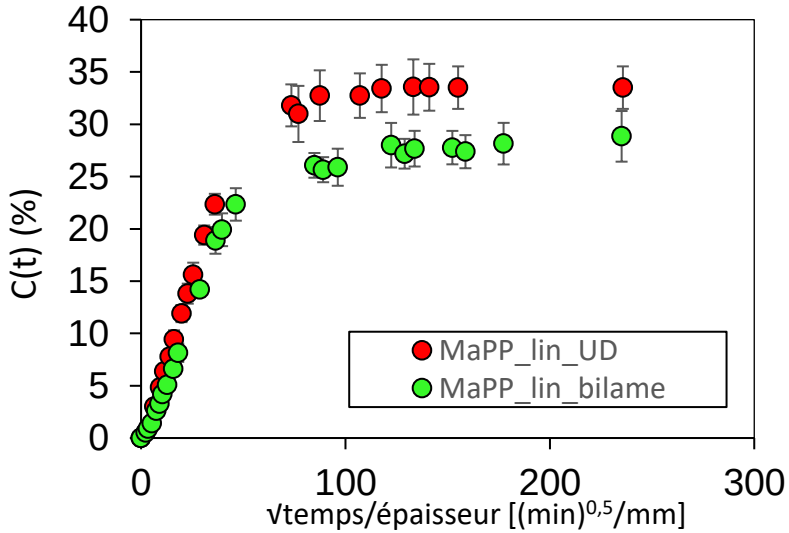
Couplage faible

Effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques



Couplage fort

Effet de variations d'état mécanique sur le comportement diffusif du matériau



Paramètres de diffusion impactés par l'orientation des plis (Etat mécaniques internes différents)

Perspectives

- **Identification des couplages thermo-hygro-mécaniques**
  - Influence de l'état mécanique sur la diffusion d'eau: quantification et modélisation
  - Influence de la température et des couplages thermo-hygro-mécaniques
  - Lien entre comportement des fibres unitaires / des faisceaux / des fils / du composite (multi-échelle)

PRC MP-SCOPE (2026-2030)

- **Lien avec les contraintes résiduelles de fabrication**

JCJC MOCOMBIO-MEMPHYS (2023-2027)

6ème école d'automne du GdR

Mesurer, Comprendre et Modéliser le Comportement Multiphysique des Matériaux Bio et Géosourcés

GdR MBGS
MATÉRIAUX de CONSTRUCTION
BIO et GÉO SOURCÉS



Comportement thermo-hygro-mécanique des bio-composites

Amandine Célino – Mael Péron

Nantes Université - GeM

12 au 15 octobre 2026 à Pornichet