Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin : application au renforcement de structures en béton par collage externe

Anne Hallonet

▶ **To cite this version:**

Anne Hallonet. Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin : application au renforcement de structures en béton par collage externe. Matériaux. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LYSE1111 . tel-01402139

HAL Id: tel-01402139
https://theses.hal.science/tel-01402139

Submitted on 24 Nov 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N°d'ordre NNT : 2016LYSE1111 Année 2016

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
l'Université Claude Bernard Lyon 1

Ecole Doctorale MEGA N° 162

Spécialité de doctorat : Science des matériaux
Discipline : Génie Civil

Soutenue publiquement le 08/07/2016, par :
Anne HALLONET

Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin - Application au renforcement de structures en béton par collage externe.

Devant le jury composé de :

Pr. Christophe BALEY	Université de Bretagne-Sud	Rapporteur
Pr. Karim BENZARTI	IFSTTAR	Rapporteur
Pr. Brahim BENMOKRANE	University of Sherbrooke	Examinateur
Dr. Marc AUDENAERT	ARKEMA	Examinateur
Pr. Emmanuel FERRIER	Université Lyon 1	Directeur de thèse
Dr. Laurent MICHEL	Université Lyon 1	Co-Directeur de thèse

"Toute science crée une nouvelle ignorance."

Henri Michaux

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

Président de l'Université	**M. le Professeur Frédéric FLEURY**
Président du Conseil Académique	M. le Professeur Hamda BEN HADID
Vice-président du Conseil d'Administration	M. le Professeur Didier REVEL
Vice-président du Conseil Formation et Vie Universitaire	M. le Professeur Philippe CHEVALIER
Vice-président de la Commission Recherche	M. Fabrice VALLÉE
Directeur Général des Services	M. Alain HELLEU

COMPOSANTES SANTE

Faculté de Médecine Lyon Est – Claude Bernard	Directeur : M. le Professeur J. ETIENNE
Faculté de Médecine et de Maïeutique Lyon Sud – Charles Mérieux	Directeur : Mme la Professeure C. BURILLON
Faculté d'Odontologie	Directeur : M. le Professeur D. BOURGEOIS
Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques	Directeur : Mme la Professeure C. VINCIGUERRA
Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation	Directeur : M. le Professeur Y. MATILLON
Département de formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine	Directeur : Mme la Professeure A-M. SCHOTT

COMPOSANTES ET DEPARTEMENTS DE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Faculté des Sciences et Technologies	Directeur : M. F. DE MARCHI
Département Biologie	Directeur : M. le Professeur F. THEVENARD
Département Chimie Biochimie	Directeur : Mme C. FELIX
Département GEP	Directeur : M. Hassan HAMMOURI
Département Informatique	Directeur : M. le Professeur S. AKKOUCHE
Département Mathématiques	Directeur : M. le Professeur G. TOMANOV
Département Mécanique	Directeur : M. le Professeur H. BEN HADID
Département Physique	Directeur : M. le Professeur J-C PLENET
UFR Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives	Directeur : M. Y.VANPOULLE
Observatoire des Sciences de l'Univers de Lyon	Directeur : M. B. GUIDERDONI
Polytech Lyon	Directeur : M. le Professeur E.PERRIN
Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique	Directeur : M. G. PIGNAULT
Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1	Directeur : M. le Professeur C. VITON
Ecole Supérieure du Professorat et de l'Education	Directeur : M. le Professeur A. MOUGNIOTTE
Institut de Science Financière et d'Assurances	Directeur : M. N. LEBOISNE

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Matériaux Composites pour la Construction (LMC^2) de l'Université Claude Bernard Lyon 1 dans le cadre du projet FIABILIN pour le développement du lin technique à fibres longues pour la production de composites de hautes performances sous le pilotage de ARKEMA.

Mes remerciements vont d'abord à mon directeur de thèse, Pr Emmanuel Ferrier, directeur du laboratoire LMC^2, et mon co-directeur de thèse, Laurent Michel, pour la confiance qu'ils m'ont manifestée en m'accueillant dans leur équipe, pour le temps qu'ils ont consacré au suivi de mes travaux ainsi que pour leurs relectures minutieuses des multiples présentations, articles et du présent manuscrit.

Je remercie vivement les membres du jury, qui ont accepté d'évaluer mon travail et d'être présent pour ma soutenance ; le Professeur B. Benmokrane de l'Université de Sherbrooke, Monsieur M. Audenaert de l'entreprise ARKEMA, et aussi Monsieur K. Benzarti de l'IFFSTAR et le Professeur C. Baley de l'Université de Bretagne Sud pour la tâche de rapporteurs de thèse.

J'exprime ma gratitude à l'ensemble des membres du laboratoire du LMC^2 pour leur aide au cours de ces trois années, en particulier Laurence Curtil et Nadège Reboul pour leur intérêt et leur assistance dans mon travail ; Marie Michel pour son soutien et pour avoir été une voisine de bureau particulièrement agréable ; Bruno Jurkiewiez, Carmelo Caggegi, Sylvain Bel, Emma Lanoye, Aron Gabor et Vu Xian Hong pour leur collaboration quotidienne et leurs remarques pertinentes ; et les techniciens Emmanuel Janin et Norbert Cottet pour leur aide à la réalisation d'expériences. Un grand merci à Anissa Benyoub dont l'efficacité et la bonne humeur auront été un secours fidèle.

Mes remerciements vont aussi aux doctorants et masters du laboratoire qui ont partagé mon quotidien ; et à mes cousins et mes amis pour leur présence et leurs encouragements, pour les weekends d'aventure, les soirées animées et les discussions interminables, qui m'ont apporté du courage et beaucoup de souvenirs.

Enfin, je remercie mes parents et ma famille qui m'ont soutenue, supportée et encouragée dans mes projets depuis 25 ans. Merci pour leur amour et leur confiance, c'est grâce à eux que je suis ici aujourd'hui et je leur en serai éternellement reconnaissante.

Anne

Résumé en français

Afin de prolonger leur durée de vie et d'assurer la sécurité des usagers, les structures en béton peuvent nécessiter un renforcement au cours de leur durée de service. La technique de renforcement par collage externe, en surface, de composites renforcés de fibres de carbone, de verre ou d'aramide à l'aide de résines durcissant à température ambiante est largement employée pour son efficacité et sa facilité de mise œuvre. Toutefois l'utilisation à la fois de fibres synthétiques et de matrices polymères produit un impact écologique non négligeable. L'objectif de ce travail de recherche est d'examiner la possibilité d'utiliser des fibres de lin pour le renforcement externe de structures en béton. Les propriétés mécaniques spécifiques et le bilan environnemental avantageux des fibres de lin en font une alternative intéressante aux fibres de verre. Cependant leur origine naturelle conduit à une plus grande variabilité des propriétés, à un comportement en traction non linéaire et une sensibilité accrue à l'humidité. Les principaux objectifs du travail de thèse portent ainsi sur la sélection des matériaux et la mise en œuvre les plus adaptés, sur l'évaluation des performances du matériau et de son adhérence au support béton et sur une évaluation de la durabilité des propriétés du système.

Dans une première partie expérimentale deux méthodes de mise en œuvre du renfort à fibres de lin (stratification au contact et collage de lamelles rigides) sont développées et caractérisées. Des observations tomographies X confirment la bonne imprégnation des fibres et la cohésion des composites. Les essais de traction révèlent un comportement en traction bilinéaire comme décrit dans la littérature, avec des propriétés d'effort par largeur de bande comparables aux composites de renfort à fibres de verre. La caractérisation des interfaces composite/béton menée par tests de cisaillement à double recouvrement confirme une bonne adhérence qui se traduit par une rupture cohésive dans le substrat béton. La nature des fibres ne semble pas influencer le comportement de l'interface. Les systèmes de renforcement à fibres de lin sont donc capables de reprendre des efforts transmis par cisaillement de façon comparable aux matériaux de renfort à fibres de verre.

Dans une deuxième partie des essais exploratoires de durabilité ont ensuite été menés pour vérifier la pérennité des propriétés de ces deux composites de renfort dans un environnement de service. Un vieillissement accéléré artificiel en enceinte climatique est mis en place tandis que des composites à fibres de lin stratifié au contact sont exposés pendant un an à l'environnement extérieur. Un second vieillissement hygrothermique à 70°C est mené pendant 4 semaines. Les dégradations des propriétés des composites à fibres de lin sont comparables à celles de certains composites de renfort à fibres de verre. Malgré la nature hydrophile des fibres de lin, les premiers essais ne montrent pas de dégradations des propriétés qui rendraient le composite impropre à une utilisation comme renfort extérieur de structures en béton.

Mots-clés : renforcement béton armé, polymère renforcé par fibres de lin, FFRP, composite lin, durabilité.

Résumé en anglais

Title : Development and characterization of a flax fibers reinforced composite - Application to reinforcing concrete structures by external sizing.

To extend their life and ensure the safety of users, concrete structures may need strengthening during their service life. The technique of strengthening by external bonding of composites carbon, glass or aramid composites using polymer that are cured at room temperature is widely used for its effectiveness and ease of implementation. Yet the uses of both synthetic fibers and polymer matrices have a significant environmental impact. The objective of this research is to examine the possibility of using flax fibers for the external strengthening of concrete structures. Their high specific mechanical properties and positive environmental balance make them an interesting alternative to the glass fibers. However, they also present a larger variability in properties, a non-linear tensile behavior and high sensitivity to humidity. The main objectives of this thesis involve the selection of the materials and the most suitable implementation, the evaluation of the materials' performances and adherence to concrete support and a sustainability assessment of those properties.

In a first experimental section, two methods of implementation of the flax fiber reinforcement are developed and characterized: by wet lay-up and by bonding of pre-hardened. Tomography observations confirm the good fiber impregnation and cohesion of the composites. The tensile tests show a bilinear tensile behavior as described in the literature, with stress per width at failure comparable to glass fibres strengthening systems. The characterization of composite/concrete interfaces is conducted by double overlap shear tests and confirms a good adhesion which results in concrete failure before the failure of the reinforcement system. The nature of the fibers does not appear to influence the shear behavior of the interface. For glass or flax wet lay-up systems, failure can occur with failure of the composite. Flax fiber reinforcement systems can take up the forces transmitted by shear in a manner comparable to glass composites.

In the second part, sustainability tests were conducted to ensure the sustainability of the properties of these two composite reinforcements in a service environment. An artificial accelerated aging test in a climatic chamber is set up while wet lay-up flax fiber composites are exposed to the external environment during a year. A second hydrothermal aging test is conducted for 4 weeks at 70°C. The degradations of the properties of the flax composites are comparable to those of some glass reinforcement composites. Despite the hydrophilic nature of the flax fibers the first tests show no degradation of properties that would make the composite unsuitable for an external reinforcement of concrete structures.

Key-words: RC strengthening, Flax Fibre Reinforced Polymer, Flax composite, durability.

Table des matières

Remerciements ..... **ii**
Résumé en français ..... **iii**
Résumé en anglais ..... **iv**
Table des matières ..... **v**

Introduction générale ..... **- 1 -**

Partie 1 : Contexte ..... **- 1 -**

1. Etat de l'art sur les renforcements de structures en béton par collage de matériaux composites. ..... *- 2 -*
1.1 Généralités : Renforcement par collage de composites. ..... - 2 -
1.1.1 Principales causes conduisant au renforcement des structures en béton ..... - 2 -
1.1.2 Le collage de composites parmi les différentes méthodes de renforcement ..... - 4 -
1.1.3 Mise en œuvre des composites de renfort en Génie Civil ..... - 7 -
1.2 Matériaux composites de renfort en Génie Civil ..... - 10 -
1.2.1 Matrice polymère ..... - 10 -
1.2.2 Les fibres de renfort ..... - 13 -
1.2.3 Propriétés des composites de renfort ..... - 15 -
1.3 Cohésion et durabilité des composites de renfort collés ..... - 18 -
1.3.1 Les interfaces d'un matériau composite : phénomènes de l'adhésion ..... - 18 -
1.3.2 Interface entre support béton/ composite de renfort ..... - 21 -
1.4 Bilan sur les composites de renfort de structures en béton ..... - 23 -

2. Composites renforcés par fibres naturelles de lin ..... *- 24 -*
2.1 Généralités : Composites polymères renforcés par fibres végétales ..... - 24 -
2.1.1 Enjeux des fibres naturelles comme renfort ..... - 24 -
2.1.2 Evolution des recherches sur les composites renforcés par fibres naturelles ..... - 27 -
2.2 Les fibres de lin techniques ..... - 30 -
2.2.1 Que sont exactement les fibres de lin ? ..... - 30 -
2.2.2 Intérêts économique, écologique et mécanique des fibres de lin ..... - 32 -
2.2.3 Structure micro et macroscopique des fibres de lin ..... - 36 -
2.3 Propriétés mécaniques des composites polymères renforcés par fibres de lin ..... - 38 -
2.3.1 Propriétés mécaniques des fibres de lin ..... - 38 -
2.3.2 Propriétés de l'interface entre les fibres de lin et la résine époxy ..... - 41 -
2.3.3 Réponse en traction statique des composites polymères époxy renforcés par fibres de lin . - 42 -
2.3.4 Réponse en traction dynamique des composites époxy renforcés par fibres de lin ..... - 46 -
2.4 Bilan sur les composites à fibres de lin ..... - 50 -

3. Conclusion de l'étude bibliographique ..... *- 51 -*

Partie 2 : Développement d'un renfort à fibres de lin pour le renforcement extérieur de structures en béton - 53 -

1. Conception d'un matériau composite stratifié au contact à renfort fibres de lin longues ..... - 54 -
1.1 Introduction ..... - 54 -
1.2 Choix et caractéristiques des matériaux ..... - 55 -
1.2.1 Caractéristiques des fibres de renfort ..... - 55 -
1.2.2 Sélection de la résine par essais d'imprégnation ..... - 58 -
1.2.3 Validation de la cohésion et adhérence sur béton des composites stratifiés au contact. ..... - 64 -
1.3 Comparaison avec un composite à fibres de lin rigide préfabriqué par thermocompression. ..... - 67 -
1.3.1 Fabrication des plats composites à renfort de lin thermo-compressés ..... - 67 -
1.3.2 Validation de la cohésion et adhérence des plats composites thermo-compressés ..... - 69 -
1.4 Détermination des températures de transition vitreuse ..... - 70 -

2. Analyse du comportement des composites à fibres de lin ..... - 73 -
2.1 Mise en œuvre et caractérisation des composites à renfort de lin ..... - 73 -
2.1.1 Préparation des composites ..... - 73 -
2.1.2 Description de l'essai de traction directe ..... - 74 -
2.1.3 Exploitation des essais de traction : calculs des modules, contraintes et efforts tensiles ..... - 75 -
2.1.4 Détermination de la densité et de la porosité des composites ..... - 77 -
2.2 Analyse des propriétés mécaniques des composites PRF lin en traction ..... - 82 -
2.2.1 Reproductibilité des essais de traction sur composite stratifié au contact ..... - 82 -
2.2.2 Influence du tissu de renfort sur les propriétés du composite stratifié au contact ..... - 86 -
2.2.3 Analyse des propriétés des composites lin préfabriqués par thermo-compression ..... - 93 -
2.3 Loi de comportement en traction du composite ..... - 94 -
2.3.1 Détermination des expressions simplifiées en traction longitudinale ..... - 94 -
2.3.2 Calculs prédictifs des propriétés mécaniques longitudinales ..... - 95 -

3. Caractérisation de l'interface béton-composite ..... - 100 -
3.1 Etude bibliographique : essais de caractérisation de l'interface béton-composite ..... - 100 -
3.1.1 Synthèse des essais de l'interface composite/béton en cisaillement ..... - 100 -
3.1.2 Synthèse des modèles prédictifs de la contrainte à rupture. ..... - 108 -
3.2 Procédure d'essai de travail de l'interface en cisaillement ..... - 113 -
3.2.1 Mise en œuvre et instrumentation des essais de cisaillement à double recouvrement ..... - 113 -
3.2.2 Méthode d'exploitation de l'essai de cisaillement à double recouvrement ..... - 116 -
3.3 Comportement en cisaillement de l'interface béton-composites lin ..... - 117 -
3.3.1 Adaptation du dimensionnement de l'essai de cisaillement ..... - 117 -
3.3.2 Caractérisation de l'interface béton/ composites à fibres de lin ..... - 121 -
3.3.3 Comparaison des résultats en cisaillement et détermination d'une loi de comportement . - 129 -
3.4 Modèles prédictifs à rupture en cisaillement ..... - 134 -
3.4.1 Choix des modèles prédictifs en cisaillement retenus ..... - 134 -
3.4.2 Résultats des modèles prédictifs ..... - 136 -

4. Conclusion de la partie II ..... - 140 -

Partie 3 : Durabilité des composites de renfort à fibres de lin. ..... - 143 -

1. Introduction ..... - 144 -

2. Impact du vieillissement sur les matériaux composites ..... *- 145 -*
2.1 Etude bibliographique : vieillissement des composites à matrice polymère ..... - 145 -
2.1.1 Vieillissement des polymères : mécanismes de dégradation ..... - 145 -
2.1.2 Vieillissement des FRP de renfort en génie civil ..... - 150 -
2.1.3 Vieillissement des composites à matrice polymère et renfort de fibres naturelles. ..... - 155 -
2.2 Choix des essais de vieillissement ..... - 159 -

3. Impact du vieillissement climatique ..... *- 161 -*
3.1 Vieillissement climatique naturel ..... - 161 -
3.1.1 Mise en place du vieillissement climatique naturel ..... - 161 -
3.1.2 Influence du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques des composites ..... - 163 -
3.1.3 Influence du vieillissement naturel sur la structure interne des composites ..... - 165 -
3.1.4 Influence du vieillissement naturel sur l'interface composite-béton ..... - 166 -
3.2 Vieillissement artificiel en enceinte climatique ..... - 170 -
3.2.1 Mise en place du vieillissement artificiel en enceinte climatique ..... - 170 -
3.2.2 Influence du vieillissement artificiel en enceinte climatique sur les propriétés des composites .. - 174 -
3.2.3 Influence du vieillissement climatique artificiel sur la structure interne des composites .... - 182 -
3.2.4 Influence du vieillissement climatique artificiel sur l'interface composite-béton ..... - 183 -
3.3 Comparaison des vieillissements climatiques naturel et accéléré en enceinte ..... - 185 -
3.3.1 Comparaison des propriétés mécaniques résiduelles après les différents vieillissements climatiques ..... - 185 -
3.3.2 Evolution des transitions vitreuses des composites lors des vieillissements climatiques .... - 186 -
3.4 Conclusion des essais de vieillissements climatiques ..... - 189 -

4. Détermination des propriétés résiduelles limites du composite de renfort lin ..... *- 191 -*
4.1 Vieillissement hygrothermique ..... - 191 -
4.1.1 Mise en place du vieillissement hygrothermique ..... - 191 -
4.1.2 Influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés des composites ..... - 192 -
4.1.3 Influence du vieillissement hygrothermique sur la structure interne du composite lin ..... - 196 -
4.1.4 Influence du vieillissement hygrothermique sur l'interface composite/béton ..... - 197 -
4.2 Comparaison des résultats des différents environnements de vieillissement ..... - 203 -
4.3 Détermination de facteurs de sécurité ..... - 205 -

5. Conclusion de la partie III. ..... *- 211 -*

Conclusion générale et Perspectives ..... - 213 -

Références ..... - 217 -

ANNEXES ..... - 233 -

Introduction générale

La réparation et la maintenance des ouvrages en béton représentent actuellement un réel enjeu technico-économique. Une infrastructure moderne et efficace est essentielle à la compétitivité et à la productivité de l'économie. La qualité de vie et la sécurité de la population, mais aussi le développement des entreprises au sein du pays dépendent de la qualité des infrastructures telles que les bâtiments, les routes, les voies ferrées, les centrales électriques et les réseaux de communications (Lawson 2013). Or toute infrastructure se détériore au cours du temps. Les propriétés mécaniques des matériaux de construction subissent une dégradation difficilement prévisible sous les contraintes environnementales. Lors de la durée d'exploitation des ouvrages, les changements d'utilisation peuvent amener une évolution des sollicitations pour lesquelles l'ouvrage n'a pas été conçu ; sans oublier les possibles accidents tels que les séismes.

Ce défi s'inscrit de plus dans un contexte de vieillissement des infrastructures publiques et privées. Les ouvrages construits après les deux guerres furent conçus pour une durée de vie de 30 à 50 ans. De plus des études menées dès les années 1980 confirment une accélération de la dégradation du béton comparée à 20 ou 30 ans auparavant (Hémon 1994). Il devient donc primordial aujourd'hui de s'inquiéter de leur état et de leur conformité aux nouvelles normes de sécurité et environnementales toujours plus exigeantes. Pour une question de coûts mais aussi de développement durable, là où il était courant de démolir pour mieux reconstruire, se développe aujourd'hui une approche de réhabilitation et de maintenance.

Parmi les méthodes de renforcement, l'utilisation de composites collés en surface des ouvrages à l'aide de résines époxy durcissant à température ambiante est une technique largement employée pour son efficacité et sa facilité et rapidité de mise œuvre (Hamelin 2002). Ces composites sont renforcés de fibres synthétiques de carbone, verre, aramide et plus récemment de basalte. Ces fibres jouent le rôle d'armature extérieure. Ces 30 dernières années ont vu émerger de très nombreuses études pour optimiser et améliorer la fiabilité de cette méthode de renforcement. Toutefois bien que le renforcement des ouvrages permette de prolonger leur durée de service, l'utilisation à la fois de fibres synthétiques et de matrices polymères produit un impact environnemental non négligeable. De par son impact environnemental certain, le génie civil joue un rôle central dans la promotion et la croissance du développement durable. Le secteur de la construction se doit de proposer des solutions efficaces et rentables pour la construction de nouvelles structures mais aussi pour la maintenance et la réhabilitation des anciennes.

Actuellement un contexte global de réchauffement climatique et de diminution des matières premières non renouvelables voit se développer une prise de conscience sociétale de la fragilité de l'environnement et de la nécessité du développement durable. Les industries françaises et européennes montrent un intérêt croissant à l'utilisation de fibres végétales comme renfort de substitution aux fibres synthétiques. De nombreux matériaux composites renforcés de fibres végétales (bois, lin, chanvre) sont progressivement commercialisés dans des domaines techniques comme le bâtiment (isolants, panneaux…), l'automobile (pièces d'habillage intérieur,

tablette arrière, dossier de siège…), l'aéronautique, coque de bateau ou la plasturgie. La substitution des fibres végétales aux fibres synthétiques présente des avantages techniques et environnementaux, notamment grâce à leur caractère renouvelable et à leur faible densité.

L'utilisation des fibres naturelles se limite toutefois majoritairement à des applications non structurelles. La méconnaissance des performances de ces fibres végétales freine la prise de risque des industriels pour qui l'étiquette naturelle n'est pas toujours synonyme de performance et de durabilité. La France est le premier producteur européen de lin et de chanvre. Le gouvernement français soutient les projets de recherche visant à développer ces filières agricoles et les innovations techniques associées afin d'améliorer la compétitivité nationale et le développement durable.

Le projet FIABILIN est l'une de ces initiatives. Ce consortium de 15 partenaires, représente des acteurs de la filière de production du lin, des laboratoires de recherche ainsi que des industriels du domaine de l'automobile, de l'aéronautique, du nautisme et du bâtiment. Le projet piloté par l'entreprise de chimie ARKEMA vise à développer la filière du lin technique à fibres longues pour la production de composites de hautes performances en substitution des matériaux composites comportant des fibres de verre ou de carbone.

PROJET FIABILIN : Développement de l'usage du lin dans la production de composite à hautes performances.

Projet Fiabilin en chiffres :
- Consortium de quinze partenaires
- Durée : 60 mois – quatre ans + un an d'industrialisation
- Budget total : 18 millions d'euros.

Labellisation par les pôles de compétitivité :
- MOVEO (Automobile – Normandie & Ile-de-France)
- EMC2 (Aéronautique – Pays de la Loire)
- TECHTERA (Textiles techniques – Rhône-Alpes)

La société Arkema pilote le projet
Autres partenaires :
C&D ADER, Coriolis composites technologies, Dedienne multiplasturgy group, Dehondt technologies, Fibroline, Magna steyr, Schappe techniques, SPBI SA, Terre de lin, Armines, CETIM, Université Bretagne sud, Université Claude Bernard Lyon 1.

C'est dans ce contexte que s'inscrit la présente thèse menée au sein du laboratoire LMC^2 portant sur l'étude technique d'un matériau composite à fibres de lin pour le renforcement extérieur de structures en béton. Les enjeux du programme de recherche portent sur le déblocage des principaux verrous limitant l'utilisation des matériaux bio-composites dans la construction : l'évaluation de la performance, de la durabilité et de la fiabilité du nouveau procédé constructif. Est-il pertinent d'envisager l'utilisation des fibres de lin pour le renforcement extérieur de structures en béton ? Les principaux objectifs portent ainsi sur la sélection des matériaux et la mise en œuvre les plus adaptées, sur l'évaluation des performances du matériau et de son adhérence au support béton et sur une évaluation de la durabilité des propriétés.

Partie 1 :
Contexte

1. Etat de l'art sur les renforcements de structures en béton par collage de matériaux composites.

Le but de cette étude est de tester la possibilité d'utiliser les fibres de lin pour le renforcement de structures en béton par collage extérieur de composites renforcés de fibres. Dans un premier temps un état des lieux des connaissances sur les composites de renfort actuellement utilisés et commercialisés est fondamental afin de comprendre les éléments à satisfaire pour le développement du nouveau matériau.

En vue d'analyser la spécificité des fibres de lin comme renfort, une revue de l'utilisation des fibres de lin comme renfort de composites est ensuite effectuée. Les propriétés des fibres de lin et des composites lin à matrice polymère obtenus par différents auteurs sont analysés.

1.1 Généralités : Renforcement par collage de composites.

1.1.1 Principales causes conduisant au renforcement des structures en béton

Le béton est actuellement le matériau le plus consommé au monde, juste après l'eau, avec une consommation moyenne par habitant de la planète de 1 m^3 par an (Cudeville 2011). Il s'agit d'un matériau de construction fabriqué d'un mélange de sable et gravillons agglomérés par un liant. Le liant le plus couramment utilisé consiste en un mélange d'eau et de ciment, un mélange de chaux, de silice et d'alumine. Le ciment réagit avec l'eau et forme une pâte, qui après durcissement est stable à la température et à l'eau. Les avantages du béton proviennent de l'abondance des matières premières nécessaires et de leurs faibles coûts, mais aussi et surtout de sa technique de mise en forme coulable. Le béton peut ainsi prendre de façon simple, rapide et économique les formes les plus variées, en grande quantité tout en présentant des propriétés élevées.

Comme les pierres qui le composent, le béton est un matériau fragile et peu résistant à la traction. De plus le béton est un matériau naturellement fissuré, ce qui réduit encore ses propriétés en traction. En effet lors de la phase de prise et de durcissement du béton, qui passe d'un état liquide à solide, la réaction exothermique de la prise du ciment hydraté et du retrait de l'eau libre, nécessaire à sa maniabilité lors du coulage, se traduit aussi par un retrait dimensionnel du béton. La résistance à la traction est 6 à 10 fois plus faible que la résistance à la compression, de l'ordre de 3 MPa. Dans les codes de calculs de l'Eurocode 2 (EC2), la directive européenne qui définit les principes généraux de calcul des structures en béton, la résistance en traction du béton est même négligée, sauf dans le cas des calculs de limite d'ouvertures de fissures afin d'assurer la protection des armatures à la corrosion. Le béton présente par contre un très bon comportement mécanique à la compression. Cependant ce comportement à la compression est fragile, ce qui signifie que la rupture se produit sans déformation importante au préalable souvent de l'ordre de 3,5 ‰. Une rupture fragile est un danger pour l'usager car aucun phénomène précurseur à la rupture ne peut être décelé à l'œil nu afin d'appréhender une défaillance (Sieffert 2010).

Les constructions en béton se heurtent donc aux difficultés que représentent les efforts internes de traction tels que dans les poutres horizontales qui travaillent toujours en flexion, ce qui conduit obligatoirement à des contraintes de traction et de compression dans une section, ou les poteaux soumis à l'effort interne de Poisson. **C'est pour pallier cette insuffisance que fut développée l'idée d'ajouter aux zones soumises à des efforts de traction, une armature métallique, résistante à la fois à la compression et à la traction.** De plus les armatures longitudinales, par adhérence avec le béton, permettent de coudre les fissures et limitent ainsi leur propagation et leur ouverture.

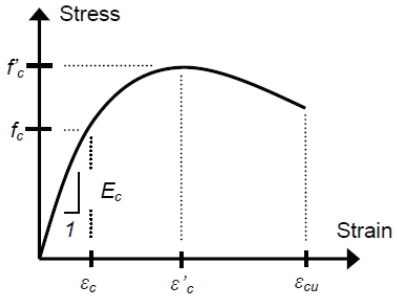


Figure 1 : Béton armé, illustration de poutre armée, et Comportement en traction du béton armé.

Malgré le renforcement intérieur par des armatures métalliques, les structures en béton peuvent nécessiter un renforcement structurel supplémentaire pour plusieurs raisons :

- ***Dégradation physico-chimique*** **:** Les propriétés mécaniques du béton et des aciers sont susceptibles de se dégrader selon différents phénomènes physico-chimiques, entraînant une diminution progressive de sa capacité structurelle. La silice issue du ciment est susceptible de se dissoudre et de réagir avec les ions alcalins de la solution interstitielle selon une **alcali-réaction** générant des gels expansifs, ce qui provoque une destruction localisée du béton (Godart 1995). Avec le temps le béton subit une **carbonatation** par le dioxyde de carbone CO_2 présent dans l'air qui se dissout dans la solution interstitielle en réagissant avec les ions déjà présents, principalement avec les ions calcium Ca^{2+} issus de la chaux $Ca(OH)_2$. Cette modification amène une diminution du pH, qui peut atteindre des valeurs inférieures à 9 dans les zones dégradées et ainsi conduire à la **corrosion des armatures**. La baisse de pH engendre une dépassivation des aciers qui ne sont plus protégés par un film d'oxydes métalliques et peuvent s'oxyder complètement (rouille). Outre la dégradation des propriétés mécaniques des armatures, les oxydes de fer qui se forment peuvent atteindre jusqu'à huit fois celui de l'acier, ce qui provoque l'éclatement du béton entourant les armatures et l'apparition de fissures longitudinales (Baroghel-Bouny 2005). **L'action de l'eau** est aussi un facteur d'endommagement. Les eaux de pluie, toujours acides et contenant des sulfates et des ions alcalins, dissolvent la chaux accentuant la carbonatation, tandis que les ions alcalins participent au phénomène d'alcali-réaction. Sous **l'action des cycles de gel-dégel**, l'eau infiltrée dans les porosités se transforme en glace et gonfle, ce qui génère des contraintes internes et crée des fissures.

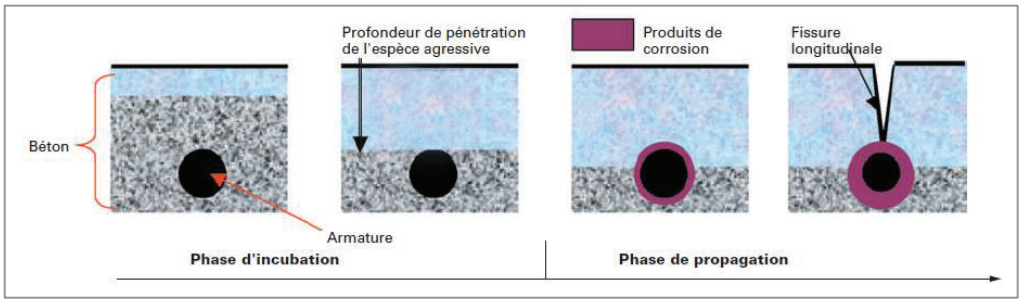


Figure 2: Schéma de la corrosion des armatures du béton armé (Baroghel-Bouny 2005).

- ***Causes accidentelles*** **:** Les abrasions et les chocs, tels que les projections de graviers sur le long des routes, ou même l'impact des particules emportées par le vent, contribuent à la fragilisation des couches supérieures du béton. Ces frottements détériorent la surface du béton, pouvant à terme mettre à nu les armatures et accélérer la corrosion (Hamelin 2002). Des causes accidentelles comme un incendie ou une collision de voiture, ou des actes de vandalisme peuvent aussi affecter l'intégrité de l'ouvrage.
- ***Erreurs de conception*** **:** Des erreurs de conception ou d'exécution ne sont malheureusement pas toujours évitées. Elles induisent un mauvais dimensionnement des sections et des dispositions non idéales des armatures, ce qui cause lors du fonctionnement de l'ouvrage des fissures ou des ruptures dangereuses dès les premiers stades de la vie de la structure. Les erreurs d'exécution peuvent être causées par des imperfections de coffrage du béton, des incohérences de ferraillage, des défauts de bétonnage ou de décoffrage.
- ***Evolution des conditions d'utilisation*** **:** Les conditions d'utilisation des ouvrages peuvent évoluer au niveau de la portance ou de la fréquence ; une évolution de trafic pour un pont, ou changement d'usage d'un bâtiment par exemple. Continuer l'exploitation de tels ouvrages sans réhabilitation peut mener à des dégâts similaires à ceux d'une mauvaise conception et se révéler dangereux pour les usagers. Le respect des nouvelles normes à respecter pour assurer la sécurité des usagers peut nécessiter une réhabilitation (Marouani 2007).
- ***Renforcement préventif au risque sismique*** **:** Le renforcement peut aussi être nécessaire dans des zones à fort risque sismique principalement pour des structures présentant un risque élevé pour les populations comme les barrages ou une centrale nucléaire ; ainsi que les hôpitaux ou les ponts.

1.1.2 Le collage de composites parmi les différentes méthodes de renforcement

La maintenance assure ensuite plusieurs objectifs :

- ***Protéger*** les structures pour remédier aux causes de désordres,
- **Réparer** les ouvrages pour les remettre en état en compensant les pertes des propriétés mécaniques,
- ***Renforcer*** les structures en améliorant les performances mécaniques afin d'augmenter la durée de vie de l'ouvrage, de le mettre aux normes dans le cas de conditions d'utilisation modifiées ou d'éviter de nouvelles dégradations après réparation.

Dans les cas les plus simples la maintenance peut consister en un ragréage par une couche de peinture ou de mortier, ou une injection de coulis ou de résine d'injection pour colmater une fissure. En présence de couches endommagées, celles-ci doivent d'abord être réparées avant de pouvoir consolider l'ouvrage. Si corrodées, les armatures doivent être nettoyées, voire protégées par protection cathodique. Les zones de fissures font l'objet d'injection de polymères à faible viscosité. Des opérations de ragréage par application de peinture ou de mortier hydraulique ou polymère sont souvent nécessaires pour reconstruire les zones détériorées. Dans les cas plus sévères où un renforcement est nécessaire, différentes techniques sont aujourd'hui utilisées :

La projection de béton fibré ou non est utilisée aussi bien pour des réparations superficielles que pour des réparations profondes (Blach 1993). Dans le cas des réparations superficielles, le béton projeté limite les défauts de surface et augmente l'enrobage des armatures en prévention de la corrosion. Dans le cas de réparations plus profondes, le béton projeté permet généralement d'enrober des armatures additionnelles assurant ainsi le transfert des efforts.

L'application d'une précontrainte additionnelle par câbles métalliques ou composites a été développée pour le renforcement d'ouvrages en béton précontraint, sujets à des pertes de précontrainte et donc à des réductions de capacité portante. Cette technique permet d'appliquer des efforts d'intensité connue en des points précis et suivant des directions bien définies, capables de s'opposer aux efforts générateurs des désordres (Poineau 2010). Bien que très efficace, cette méthode nécessite beaucoup de moyen matériel et de main d'œuvre.

Le collage de plaques métalliques en surface du béton, connu sous le nom de procédé de l'Hermite, s'est développé depuis les années 60s. Les plaques métalliques travaillent comme des armatures extérieures. Malgré l'efficacité de cette méthode, les plats métalliques en acier sont sensibles à la corrosion, ne peuvent être utilisés sur des surfaces trop importantes de par leur masse considérable et présentent des difficultés au collage qui doit être effectué sous pression après traitement préalable.

Le collage de composites à matrice polymère et fibres techniques (FRP) s'est développée depuis les années 90s en réponse aux limitations de mise en œuvre inhérentes au collage de plats métalliques. Les recherches d'optimisation des structures antisismiques par les Japonais et les Américains ont rapidement menés à développer dès les années 1980 une technique de réparation substituant aux tôles métalliques, des feuillets de composite moins lourds et plus faciles à mettre en œuvre. Les premières applications en Europe furent réalisées en Suisse en 1987 pour le renforcement d'un pont (Luyckx 1999, Setunge 2005). Durant les années 1990, l'utilisation des composites se répand. En Europe, de nombreuses universités se penchent sur le sujet des renforcements structurels à base de matériaux composites. Le LCPC (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées), la société Soficar (fabricant de fibres de carbone) et la société Freyssinet International développèrent un procédé de renforcement à base de tissus secs imprégnés in situ. Ces recherches permirent le développement de différents produits d'application industrielle à utiliser en remplacement des plats pultrudés et capables de renforcer des surfaces non planes : le TFC® (Tissu Fibre de Carbone) par Freyssinet, le Carbodur par Sika, ou encore le système Replark de Mitsubishi Chemical Corporation (Backlandt 2005, Setunge 2002). Depuis le collage de composite comme renforcement des ouvrages d'art et

bâtiments s'est largement répandu, au Japon et en Amérique du Nord plus encore qu'en Europe, aussi bien pour la réhabilitation que pour la construction de nouveaux ouvrages plus performants. Les différents systèmes utilisent des fibres de verre, d'aramide ou de carbone, retenues pour leurs propriétés mécaniques et de durabilité (Marouani 2007).

Cependant les matrices polymères présentent des limites d'utilisation. Aux hautes températures elles se dégradent et se décomposent. Pour pallier à cet aspect, **pour certaines applications des matrices minérales cimentaires seront privilégiées**. Ces TRC (textile reinforced concrete) se mettent en place de façon similaire aux FRP stratifiés au contact et utilisent des fibres de renforcements métalliques ou de même nature que pour les FRP. Les fibres se présentent toutefois plutôt sous forme de grille pour permettre une inclusion dans la matrice minérale beaucoup plus thixotrope.

- **Guides de recommandations pour l'utilisation des FRP**

Suite à l'utilisation croissante des composites de renfort FRP, des guides de recommandations ont été publiés dans divers pays. Ces guides définissent des bonnes pratiques d'utilisation ainsi que les calculs à appliquer pour le dimensionnement, et référencent l'avancée des recherches de durabilité et d'optimisation menées par la communauté scientifique. Le Tableau 1 présente une liste de quelques documents faisant référence dans le domaine :

Tableau 1 : Guides de recommandations pour le renforcement par matériaux composites.

Pays	Référence du document
USA	**ACI Committee 440.2R-08 (2008),** Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Concrete Structures, American Concrete Institute, Michigan.
Japon	**ISCE (2001) :** Recommendation for Upgrading of Concrete Structures with use of Continuous Fiber Sheets, Concrete Engineering Series 41, Japan Society of Civil Engineers, Tokyo.
Canada	**ISIS Design Manual No. 4 (2006) :** Strengthening Reinforced Concrete Structures with Externally—Bonded Fiber Reinforced Polymers (FRPs), ISIS Canada.
Italie	**CNR-DT (2004) :** Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Existing Structures – Materials, RC and PC structures, masonry structures, CNR-DT 200/2004, Italian National Research Council, Rome.
France	**AFGC (2011) :** Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites, Bulletin Scientifique et Technique de l'AFGC
Grande-Bretagne	**TR55 (2004) :** Design guidance for strengthening concrete structures using fiber composite materials, Second Edition, Technical Report No. 55 of the Concrete Society, UK.
Groupement européen	**Fib Bulletin 14 (2001) :** Fédération Internationale du Béton (FIB)- (2001). Externally bonded FRP reinforcement for RC structures. Bulletin 14 et Bulletin 40, Lausanne, Suisse.

1.1.3 Mise en œuvre des composites de renfort en Génie Civil

Les composites utilisés actuellement en renforcement extérieur de béton en génie civil sont disponibles sous deux formes différentes :

- **Collage de plats consolidés :**

Figure 3: Illustration renforcement par plats consolidés à fibres de carbone (Sika Carbodur®)

Des fines lamelles de polymère renforcé de fibres rigides fabriquées en usine généralement par pultrusion sont collées à la surface du béton avec une résine pâteuse polymérisant à température ambiante. Toutes les formes auxquelles les fibres peuvent s'adapter sont possibles, depuis les plats, des équerres, des L, ou des formes en I. Il s'agit majoritairement de composites carbone/époxy. Ces matériaux ont l'avantage sur les plats métalliques d'être beaucoup plus légers. Toutefois comme les plats métalliques, ces lamelles ne peuvent être utilisées que pour des surfaces planes et la technique de pose ne permet que difficilement de maîtriser l'épaisseur de la colle.

- **Stratification au contact :**

Figure 4 : Illustration renforcement par stratification au contact avec FRP carbone (SikaWrap ®)

Des tissus secs de fibres de renfort souples sont imprégnés directement sur le site lors de l'application sur la structure au moyen d'une colle liquide durcissant à température ambiante. La zone à renforcer est au préalable induite d'une couche de résine primaire liquide. Après marouflage, une dernière couche de résine de fermeture peut être appliquée comme protection supplémentaire avec le milieu extérieur et améliorer la durabilité du composite. Dans cette technique une même résine est souvent à la fois matrice du composite et l'adhésif assurant la liaison entre le composite et le support béton. L'encollage sur site se fait généralement à la main,

même si certains essais d'automatisation d'enrobage de colonne ont déjà été effectués (fib Bulletin 14, 2001). Cette technique peut être utilisée pour renforcer des éléments de surface complexe ainsi que des structures de types pylônes ou colonnes en confinement. De plus, la seule interface de collage avec le support étant la matrice même du composite, cette technique de pose ne génère pas de concentration de cisaillement pouvant provoquer des amorces de décollement dans les zones de faible épaisseur de résine.

Dans les deux techniques, des résines durcissant à température ambiante sont utilisées, limitant les propriétés du renforcement de par la température de transition vitreuse assez basse, autour de 80°C, de ces types de résines. De plus dans les deux procédés, plusieurs couches de tissus ou de lamelles peuvent être superposées afin de répondre au besoin du renforcement.

En plus de ces techniques de base, plusieurs techniques spéciales ont été développées. La **technique d'enroulement automatique** de câbles ou de ruban composites permet une installation rapide et de bonne qualité de structures en colonnes comme des cheminées. L'application du renfort composite sur la surface de béton dans un **état précontraint** est plus difficile à mettre en œuvre et plus cher, mais augmente largement les propriétés du renforcement. **L'imprégnation sous vide** des fibres lors de la stratification au contact permet d'améliorer l'imprégnation des fibres, de limiter les défauts de bulles ou d'excédent de résine. Au lieu d'un durcissement à température ambiante des résines de collage, des **dispositifs de chauffage** peuvent être utilisés de cette façon à réduire le temps de durcissement, à permettre le durcissement à froid, et d'améliorer les propriétés de la résines (propriétés mécaniques et température de transition vitreuse). Différents systèmes de chauffage peuvent être utilisés, tels que les appareils de chauffage électriques, des systèmes IR (infrarouge) ou des couvertures chauffantes.

Actuellement les PRF sont utilisés comme renforcement extérieur de structures en béton dans principalement trois cas d'application (Bisby 2004, AFGC 2011) : la flexion, l'effort tranchant (cisaillement) et le confinement :

a. ***Renforcement en flexion*** : Les poutres ou les dalles peuvent être renforcées en flexion en collant les matériaux de PRF sur la face en traction afin d'apporter un renforcement en traction. Les fibres du composite sont orientées selon la direction principale des contraintes de traction. Le composite en surface apporte sa contribution tout comme les armatures internes. La résistance totale du matériau est alors la somme des contributions du béton, de l'acier et du composite. Le matériau de renfort doit donc présenter à la fois un haut module et une haute résistance afin d'optimiser le renforcement.

b. ***Renforcement au cisaillement*** : Les structures, notamment les poutres, peuvent être renforcées à l'effort tranchant. Les composites sont collés sur les faces latérales. Le renforcement le plus efficace place la direction principale des fibres parallèle à celle des contraintes principales, à environ 45° de l'axe de la poutre. Toutefois pour des raisons pratiques, les fibres sont habituellement orientées perpendiculairement à l'axe longitudinal de la poutre. Différentes configurations peuvent être utilisées, avec des bandes discontinues ou une surface continue dans la direction longitudinale. L'utilisation de bandes discontinues

facilite la migration de l'humidité interne (Hollaway 2010). Le composite peut être fixé tout autour de la poutre, en U ou seulement sur les côtés ; la première configuration étant la plus efficace mais pas toujours possible selon l'emplacement à la poutre à renforcer (Ngo 2015). Comme pour le renforcement en flexion, la résistance est alors la somme des efforts que peuvent reprendre le béton, l'acier et le composite. La résistance en cisaillement du composite ne dépend que de sa résistance et de la longueur d'ancrage, et pas du module.

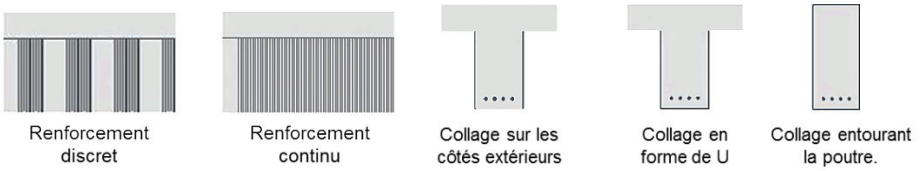
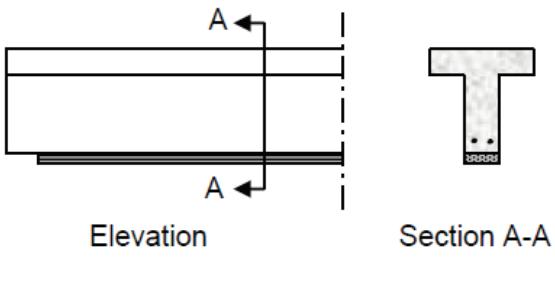
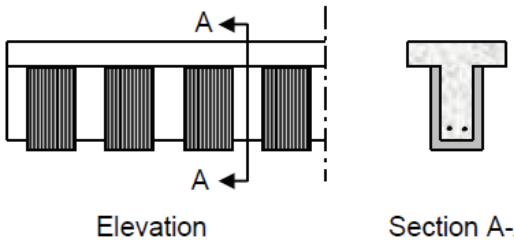


Figure 5 : Différentes configurations de renforcement en cisaillement (Ngo 2015).

c. ***Renforcement par confinement*** : Sous l'effet d'un effort de compression axiale, la colonne se dilate latéralement. L'application circonférentielle de renforts en matériaux composites permet, en limitant les déformations transverses du béton, d'augmenter de façon significative la capacité portante des poteaux. Les calculs de la résistance du béton après confinement prennent principalement en compte le module du composite.

Tableau 2: Récapitulatif des différents types de renforcements de structures par FRP.

a)		
b)		
c)		

1.2 Matériaux composites de renfort en Génie Civil

« La réalisation d'un matériau composite consiste à associer dans une même masse des matériaux différents par leur nature chimique et leur forme afin de tenter une sommation des performances » (Daviaux et Filliatre 1985)

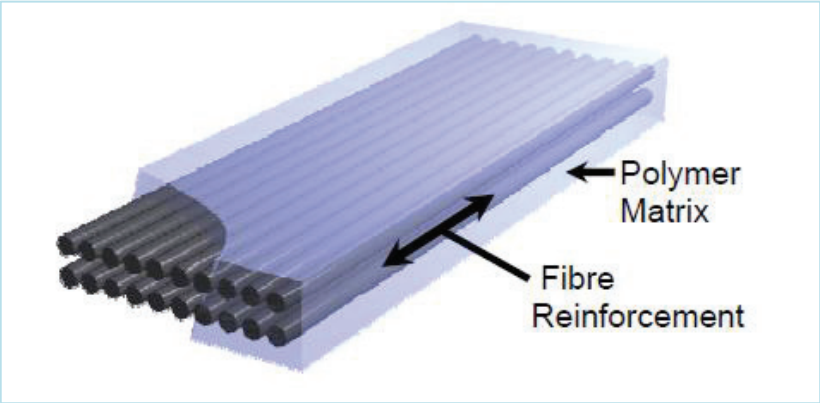


Figure 6 : Schéma explicatif de la structure d'un polymère renforcé de fibres unidirectionnelles,

Bien que d'un point de vue général, presque tous les matériaux, y compris le béton, peuvent être considérés comme des matériaux composites ; l'emploi du terme « composite » en génie civil désigne généralement un polymère technique renforcé par des fibres de renfort. Les fibres de renfort assurent les propriétés en traction du composite. Elles sont incluses dans une matrice polymère dont le rôle est d'assurer le transfert des efforts entre les fibres ainsi que la protection du renfort.

1.2.1 Matrice polymère

Les polymères se classent grossièrement en trois groupes, les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères. Les thermoplastiques peuvent être remodelés, car deviennent souples voir liquides avec une élévation de température. Les thermodurcissables une fois durcis ne peuvent plus changer de forme. Les élastomères présentent une certaine élasticité et souplesse même une fois mis en forme. Il est à noter que le langage courant a adopté le terme de thermodurcissable, qui provient de la plasturgie, toutefois il serait préférable de parler de matériau thermorigide ou encore thermostable (Mouton 2003). Les formulations des résines industrielles contiennent aussi différents additifs comme des charges minérales, des plastifiants ou des catalyseurs, permettant d'ajuster les propriétés finales ou lors de la mise en œuvre.

Les résines employées pour le renforcement extérieur de béton doivent répondre aux critères de l'application et de l'environnement. Elles doivent présenter une bonne adhérence à la fois avec le béton et les fibres de renfort ou les plats à coller ; avoir une bonne résistance aux conditions climatiques, que sont entre autres l'humidité, des températures extrêmes, et les attaques de produits chimiques issus du béton, comme les alcalins, ou de l'environnement comme les sels. Et bien évidemment, ces résines doivent avoir des propriétés mécaniques suffisamment élevées pour améliorer les propriétés du béton (Setunge 2005).

Outre leurs propriétés une fois réticulées, les résines polymères doivent répondre à certaines contraintes de mise en œuvre spécifiques aux chantiers de Génie Civil (Houhou 2012) :

- La réactivité du mélange lors de la polymérisation doit être adaptée aux conditions de chantier comme la température extérieure et degré d'hygrométrie. Malgré des additifs et des formations spécifiques, la polymérisation est rarement complète aux conditions ambiantes et des évolutions lentes de la densité de réticulation peuvent encore être observées des mois voire des années après la mise en œuvre.
- La viscosité du mélange initial doit être appropriée pour l'application envisagée. Pour le collage de plats pultrudés, l'adhésif doit être pâteux et thixotrope afin de faciliter la mise en place des renforts, tandis que pour un renforcement stratifié au contact, la résine doit être plus liquide afin d'imprégner les fibres efficacement.
- Pour les résines durcissant à température ambiante, la durée pratique d'utilisation (DPU), durée pendant laquelle le mélange reste maniable, doit être suffisante pour mettre en place le composite. Typiquement des durées de 1h30 à 2h sont requises.

Le tableau suivant résume les caractéristiques physiques et mécaniques des résines polymères les plus utilisées pour le renfort extérieur de structure en béton :

Tableau 3 : Caractéristiques de résines polymères utilisées en génie civil (Hémond 1994)

Performances/Propriétés	Époxydiques	Polyuréthannes	Polyesters
Durée pratique d'utilisation (DPU) ..... (h à 20 °C)	1 à 2	1 à 1,5	1 à 1,5
Temps de polymérisation complète ..... (j à 20 °C)	5 à 6	4 à 5	3
Résistance à la compression ..... (MPa)	70 à 90	5 à 50	25 à 80
Résistance à la traction ..... (MPa)	45 à 70	10 à 30	35 à 80
Allongement à la rupture..... (%)	.....	1 à 100	≈ 1
Module d'Young ..... (MPa)	3 500 à 10 000	15 à 700	2 000 à 5 000
Résistance à la fissure nouvelle ..... (mm)	.....	1,5 à 20 °C 0,4 à – 10 °C	
Température de fléchissement sous charge ..... (°C)	40 à 65 selon formule		
Résistance au choc thermique accidentel ..... (°C)	200	200 à 220	180
Température minimale d'application ..... (°C)	5 à 10	0	5
Autoaccélération de la réaction.....	OUI Oblige à réfléchir aux emballages	NON Pas de problème pour les emballages sauf ceux liés à la DPU	OUI Oblige à réfléchir aux emballages
Application sur support humide	OUI avec formule spéciale	NON (primaire spécial époxyde)	Peu recommandé
Résistance à l'abrasion : indice de Taber	.....	0,7 à 0,9	2,8 à 4
Réparation/reprise.....	Possible mais délicate sur le plan de la préparation de surface	OUI avec préparation de surface	Difficile, nécessite un traitement spécial

Les polymères utilisés pour les composites de renforcement extérieur de béton se partagent quasi exclusivement entre les époxy, les vinylesters et les polyesters. Ces polymères sont thermodurcissables, présentent une bonne résistance mécanique et chimique à un environnement extérieur. De par leurs résistances mécaniques et chimiques les résines époxydes sont les plus employées malgré un prix plus élevé (Bardonnet 1992).

- **Les résines époxy**

Les époxydes (contraction de *épi*, à côté, et de *oxyde* pour les produits d'oxydation par l'oxygène) sont des substances chimiques comportant un oxygène ponté sur une liaison carbone-carbone.

Les polyépoxydes regroupent une grande variété de polymères synthétisés par polycondensation de monomères comportant au moins deux groupes époxydes (oxiranes) très réactifs, appelés *résine époxydique*, avec eux-mêmes ou bien avec des monomères de nature différente faisant office d'agent de réticulation, appelé *durcisseur*. Le durcisseur peut être à base d'anhydride d'acide, de phénol ou le plus souvent d'amine (Thomas 2011).

Les polyépoxydes polymérisés ne comportent plus de groupements époxy, ceux-ci ayant réagi avec le durcisseur. Cela peut porter à confusion avec le nom générique « résine époxy » qui leur a été attribué.

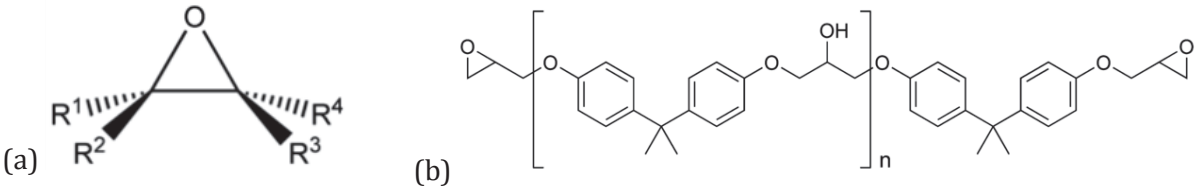


Figure 7 : (a) Fonction époxyde sur une molécule type. (b) Formule moléculaire du DGEBA macromolécule époxydique la plus couramment utilisée pour la synthèse d'époxy.

Les polymères époxy utilisés dans la construction se présentent la plupart du temps comme des kits bi-composants à mélanger sur site et durcissant à température ambiante. Après le mélange des deux composants, la résine polymérise et s'épaissit. Les durées d'utilisation sont de l'ordre de 30min à 2 heures, avant que le mélange devienne trop visqueux pour être maniable. Le durcissement complet se poursuit en 15 à 24 heures. La résine développe alors une adhérence de l'ordre de 10 à 20 MPa, dite structurale parce que la résine développe des propriétés mécaniques élevées (Cognard 2001).

Avantages : Les polymères époxydes sont les plus performants des adhésifs. La résistance au joint dépasse facilement les 30 N/mm². Ils ont également une résistance à l'eau et aux solvants élevée, une longue durabilité (voussoirs de ponts en béton collés depuis 40 ans), une excellente résistance au fluage, une résistance à la chaleur jusqu'à 120°C. Le collage présente un faible retrait (2-4%) et ne nécessite pas de pression (Cognard 2001).

Inconvénients : Les époxy peuvent déclencher des risques d'allergie, principalement lors du dégagement de vapeurs du durcisseur. Pour les résines époxy polymérisant à température ambiante, il faut prendre en compte la DPU d'utilisation une fois le mélange effectué. De plus, on observe que la polyaddition du durcisseur avec la résine époxydique peut être très exothermique, particulièrement avec des amines agissant dès la température ambiante. Il faut donc faire attention une fois le mélange effectué lors de la manipulation, les températures pouvant parfois monter à plus de 200°C, et que le mélange ne prenne pas en masse.

- **Transition vitreuse**

La transition vitreuse est un phénomène de transition entre la forme dure cassante et la forme caoutchoutique d'un polymère amorphe. Elle a lieu chez tous les polymères, mais n'est pas très visible dans le cas des polymères très cristallins. La transition vitreuse est considérée une

transition du second ordre qui ne s'accompagne pas d'un changement d'état. Quand il n'y a pas de modification structurelle, en particulier pas de reprise de réticulation pour un thermodurcissable, ce changement se fait de manière réversible. Il s'agit d'un phénomène différent de la fusion, qui est une transition du premier ordre. Il y a effectivement changement de l'état de la matière, qui passe pour les polymères d'un état solide (caoutchoutique) ou un état liquide (visqueux) (Thomas 2011).

La transition vitreuse correspond à une absorption d'énergie qui permet de passer d'une mobilité moléculaire locale de faible amplitude à une mobilité à grande distance des chaînes. Les relations entre la structure chimique et la température de transition vitreuse (Tg) ont été abordées au moyen d'approches cinétiques, la plus connue étant la théorie WLF (WILLIAMS, LANDEL et FERRY 1955) ou théorie du volume libre.

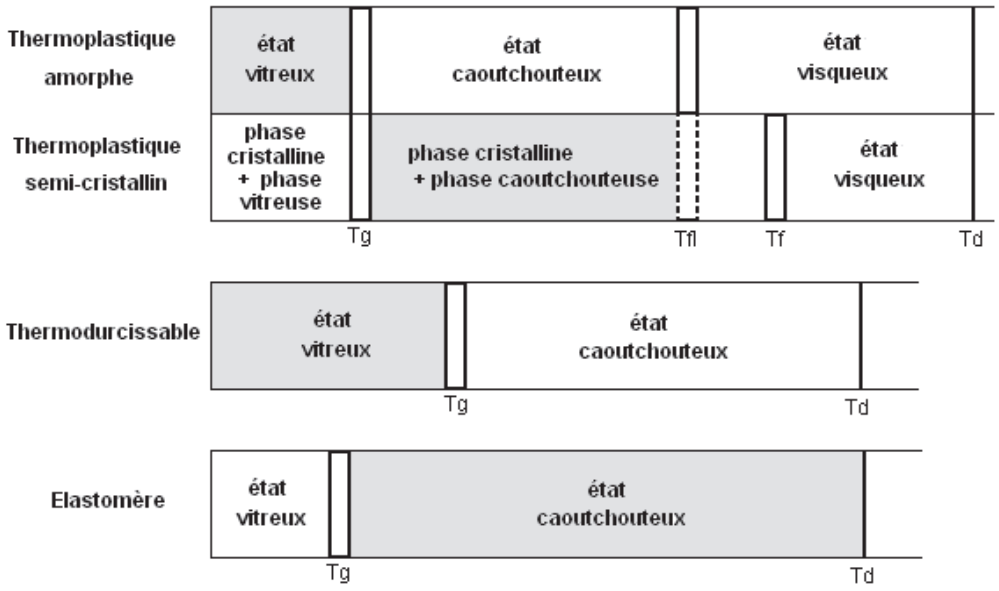


Figure 8 : Diagramme d'état des polymères, avec Tg température de transition vitreuse, Tf température de fusion et Td la température de destruction. En gris la plage de température d'utilisation du polymère.

1.2.2 Les fibres de renfort

Les fibres supportent la majorité des contraintes mécaniques et assurent la résistance et la rigidité du composite. Les fibres de renforts couramment utilisées sont le verre, le carbone, l'aramide et le basalte. Ces fibres sont choisies pour leur haute résistance mécanique et/ou leur haut module d'élasticité.

- **Fibres de verre**

Les fibres de verre sont élaborées à partir d'un verre filable, appelé verre textile, composé notamment de silice, alumine, chaux et magnésie. Suivant leurs compositions, différents types de verre filables peuvent être obtenus. Le procédé de fabrication se déroule en cinq étapes : (1) la mixture est chauffée à 1500°C jusqu'à devenir liquide homogène ; (2) le verre en fusion est filé par étirement ; (3) les fibres sont ensimées d'un revêtement protecteur pour rassembler durablement les centaines de filaments en un fil, (4) les fils sont ensuite bobinés ou coupés selon

les finalités ; (5) les fils sont finalement séchés à des températures de 700 à 800 °C. Dans la pratique toutefois, le verre E constitue environ 99% de la production et les autres verres sont réservés à des applications spécifiques. Dans le domaine du génie civil sont principalement utilisés les verres E et S (Berthelot 2012) :

Tableau 4 : Caractéristiques des différentes fibres de verre

Type de verre	Caractéristiques générales
E	Usage général ; bonnes propriétés électriques
D	Hautes propriétés diélectriques
A	Haute teneur en alcali
C	Bonne résistance chimique
R, S	Haute propriétés mécaniques

- **Fibres de carbone**

Les fibres de carbone présentent un coût 10 à 20 fois plus élevé que les fibres de verre, et sont donc utilisées dans des applications nécessitant des propriétés comparables à celles de l'acier. Elles présentent de très bonnes propriétés mécaniques, pour une masse volumique généralement inférieure à 2000 kg/m^3. Les fibres de carbone sont élaborées à partir d'un polymère précurseur, se présentant sous forme de fibres orientées et réticulées. Actuellement les fibres utilisées sont principalement des fibres acryliques fabriquées à partir de polyacrylonitrile (PAN). Ces fibres subissent ensuite une décomposition thermique, sans fusion des fibres, aboutissant à une graphitation de la structure. La qualité des fibres de carbone finales dépend des qualités du précurseur (Berthelot 2012).

- **Fibres d'aramide**

Les fibres aramides à caractéristiques élevées, généralement connues sous le nom de « Kevlar », sont produites à partir de polyamides aromatisés. Les fibres sont obtenues par filage (étirage au travers d'une filière) à partir d'une dissolution. Les chaînes moléculaires sont fortement orientées dans le sens de l'axe de la fibre, de sorte que les forces des interactions moléculaires peuvent être exploitées pour leur résistance thermique et mécanique. Elles montrent une grande ténacité ce qui explique leur utilisation en génie civil dans des câbles, haubans et autres applications requérant une bonne tenue aux chocs.

- **Fibres de basalte**

Les fibres de basalte sont fabriquées à partir de basalte concassé essentiellement sans matières sont ajoutés contrairement à d'autres matériaux tels que la fibre de verre. Le basalte est simplement lavé, puis fondu. La fabrication de fibre de basalte nécessite la fusion de la roche basaltique à environ 1400 °C. La roche en fusion est ensuite extrudée à travers de petites buses pour produire des filaments continus de fibre de basalte. Elles présentent un module d'élasticité élevé, ce qui entraîne d'excellentes propriétés spécifiques en résistance équivalente à trois fois celle de l'acier. La fibre de basalte est similaire à la fibre de carbone et la fibre de verre mais possède de meilleures propriétés physico-mécaniques que la fibre de verre, elle est aussi moins chère que la fibre de carbone.

Les fibres de carbone, verre, basalte et aramide sont toutes trois utilisées en génie civil, bien que les deux premières soient largement plus utilisées pour le renforcement extérieur. Le Tableau 1.5 donne un ordre de grandeur des caractéristiques des fibres techniques habituellement utilisées.

Tableau 5 : Propriétés mécaniques et physiques des fibres de renfort utilisées en Génie Civil pour le renforcement extérieur de structures en béton. (Hamelin 2010)

Type de fibres	Densité (en kg.m^3)	Résistance en traction (en Mpa)	Module de Young (en GPa)	Allongement rupture (en %)	Coefficient de dilatation thermique (en 10^{-6}/°C)	Coefficient de poisson
Verre E	2 500	3 450	72,4	2,4	5	0,22
Verre S	2 500	4 580	85,5	3,3	2,9	0,22
Verre alcali resistant	2 270	1 800-3 500	70-76	2,0-3,0	-	-
ECR	2 620	3 500	80,5	4,6	6	0,22
Carbone (haut module)	1 650	2 500-4 000	050-500	0,5	– 1,2…– 0,1	0,20
Carbone (haute résistance)	1 750	3 500	240	1,1	– 0,6…– 0,2	0,20
Aramide (Kevlar 29)	1 440	2 760	62	4,4	– 2,0 longitudinal 59 radial	0,35
Aramide (Kevlar 49)	1 440	3 620	124	2,2	– 2,0 longitudinal 59 radial	0,35
Aramide (Kevlar 149)	1 440	3 450	175	1,4	– 2,0 longitudinal 59 radial	0,35
Aramide (Technora H)	1 390	3 000	70	4,4	– 6,0 longitudinal 59 radial	0,35
Aramide (SVM)	1 430	3 800-4 200	130	3,5	-	0,35
Basalte (Albarrie)	2 800	4 840	89	3,1	8	0,30

1.2.3 Propriétés des composites de renfort

Les propriétés spécifiques des différents matériaux composites de renfort varient beaucoup d'un fabricant à l'autre et dépendent directement des propriétés des fibres de renfort, de leur distribution, de leur concentration et de la qualité de l'interface matrice/fibres de renfort. En règle générale, la fraction volumique des fibres est égale à environ 50-70% pour les bandes préfabriquées et environ 25-35% pour les composites stratifiés au contact. Dans le cas des lamelles préfabriquées, les propriétés des matériaux sont calculées en fonction de la surface en coupe transversale totale et sont généralement fournies par le fabricant. Dans le cas des systèmes stratifiés au contact cependant, l'épaisseur finale du composite et la fraction volumique des fibres sont incertaines et peuvent varier.

Pour cette raison, le calcul des propriétés basé sur l'épaisseur réelle peut devenir problématique. Afin de s'affranchir de la variation d'épaisseur du composite, l'American Concrete Institute (ACI 2010) préconise de calculer les propriétés des composites stratifiés au contact à partir de l'épaisseur « nette », définie comme l'épaisseur des fibres sèches seules. Cette méthode sous-estime la section réelle de l'éprouvette mais permet de s'affranchir des variations. Les propriétés calculées à partir de l'aire des fibres sont appelées "propriétés nettes", en contraste aux "propriétés réelles". La plupart des fabricants fournissent les propriétés des matériaux calculés à partir de l'épaisseur des fibres nues. Pour cette raison de cette différence d'approche, il faut être prudent lorsque l'on compare les propriétés des différents systèmes.

La Figure 9 permet de comparer les propriétés des matériaux obtenus avec différentes fibres et une résine époxy avec celles de l'acier :

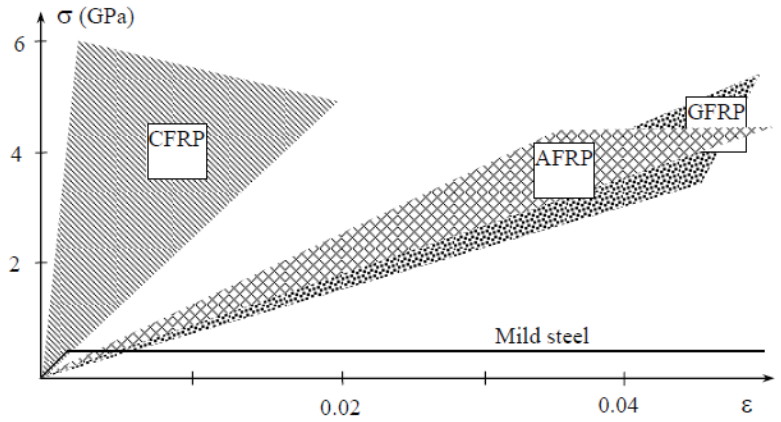


Figure 9 : Plages des propriétés contrainte-déformation en traction des composites de renforts unidirectionnel et de l'acier. (CFRP = composite à fibres de carbone, GFRP = composite à fibres de verre, AFRP = composite à fibres d'aramide, steel = acier) (fib Bulletin 14, 2001)

Lorsque les propriétés des composites sont basées sur l'aire de section transversale totale (fibres et matrice), les propriétés sont inférieures à celles calculées à partir de l'aire des fibres seules. Cette réduction est compensée par l'augmentation de la surface en coupe transversale par rapport à la surface en coupe transversale des fibres. Dans les faits, pour une quantité constante de fibres la charge à rupture et de déformation à la rupture est très peu affectée par une augmentation de la quantité de résine. Les propriétés, contrainte et module, calculés à partir de la section transversale totale, cependant, sont fortement influencés. Le Tableau 6 présente l'influence du taux volumique de fibres sur un composite stratifié au contact à fibres de verre.

Tableau 6 : Influence du taux de fibres sur les propriétés d'un composite stratifié au contact à fibres de verre (fib Bulletin 14, 2001)

Taux volumique fibres V_f (%)	Module réel E_f (GPa)	Contrainte réelle f_f (MPa)	Déformation à rupture (%)	Charge à rupture (kN)
100	220	4000	1.818	280.0
70	154,9	2824	1.823	282.4
50	111,5	2040	1.830	285.6
0	3	80	-	-

- **Exemples de systèmes de renforcement du commerce**

Dans le Tableau 7 sont présentées les propriétés de différents systèmes de renforcement composite disponibles dans le commerce. Il apparait que les systèmes à base de fibres de carbone sont largement les plus représentés. La grande différence des propriétés mécaniques entre les deux systèmes à fibres de verre, ROCC N°1 et Compodex VE/Bi, s'explique justement par le choix de l'aire de calcul. La contrainte du système ROCC est mesurée à partir de l'épaisseur des fibres seules, tandis que la contrainte du système Compodex est calculée à partir de l'épaisseur totale du composite.

Tableau 7 : Propriétés mécaniques de composites de renforts dans le commerce (AFGC 2011).

Procédé	Société	Mise en œuvre	Fibres	Conditionnement	Epaisseur (lamelle/tissu)	Résine Epoxy	Contrainte (MPa)	Module (GPa)	ε (%)
Foreva TFC	Freysinnet	Stratification au contact	Carbone	2D -500g/m²	0,48 mm	Foreva Epx	> 1 700	105	≥ 1,5
Foreva LFC	Freysinnet	Pultrudé	Carbone	2D	1,2 mm	Foreva Epx SC 980	> 3 000	160	≥ 1,7
ROCC N°1	GTM	Stratification au contact	Verre	UD -920 g/m²	1 mm	Sikadur 300	550	25	2,2
ROCC+ N°3	GTM	Stratification au contact	Carbone	UD -610 g/m²	1 mm	Sikadur 300	700	70	1,0
Sika Wrap	Sika	Stratification au contact	Carbone	2D -230 g/m² 2D -600 g/m²	0,13 mm 0,33 mm	Sika 330	> 3 200 > 2 400	> 220 > 200	1,4 1,4
Sika CarboDur	Sika	Pultrudé	Carbone	-	1,2 mm 1,4 mm	Sika 300	> 2 800 > 2 900	> 160 > 200	> 1,7 > 1,35
Compodex C12	Etandex	Pultrudé	Carbone	-	1,4 mm	Etancol 492/ Ostral 750	> 2 800	> 160	> 1,6
Compodex VE/Bi	Etandex	Stratification au contact	Verre	350g/m² 700g/m²	1,1 mm 1,5 mm	Ostral 800	100 140	9 12,4	1,1 1,1
V2C N°1	VSL	Pultrudé	Carbone	-	1,2 mm 1,4 mm	Epoxy P204	> 2 300 > 2 500	> 164 > 205	> 1,4 > 1,3
V2C N°2	VSL	Stratification au contact	Carbone	UD -200 g/m² UD -300 g/m² UD -400 g/m²	0,117 mm 0,176 mm 1,19 mm	S3 de SRS	580 540 280	84 76,8 173	> 1,25 > 1,25 > 0,25

Les propriétés calculées à partir des deux méthodes de calcul ne sont donc pas comparables. Afin de pouvoir comparer les propriétés des composites plus aisément, la rigidité axial $E_f.t_f$ correspondant au produit du module par l'épaisseur a été introduite. La rigidité axiale donne une information sur la déformabilité du matériau.

- **Micromécanique des composites**

Les matériaux de renfort composites unidirectionnels présentent généralement un comportement élastique linéaire jusqu'à rupture. Lors de l'application d'un effort de traction dans le sens des fibres, et sous l'hypothèse d'une déformation uniforme et identique dans la fibre et dans la matrice, l'amorçage de la rupture se produit par rupture des fibres ou de la matrice. Dans le cas des matériaux utilisés pour le renforcement en Génie Civil, les fibres présentent généralement un allongement inférieur à celui de la matrice et rompent en premier.

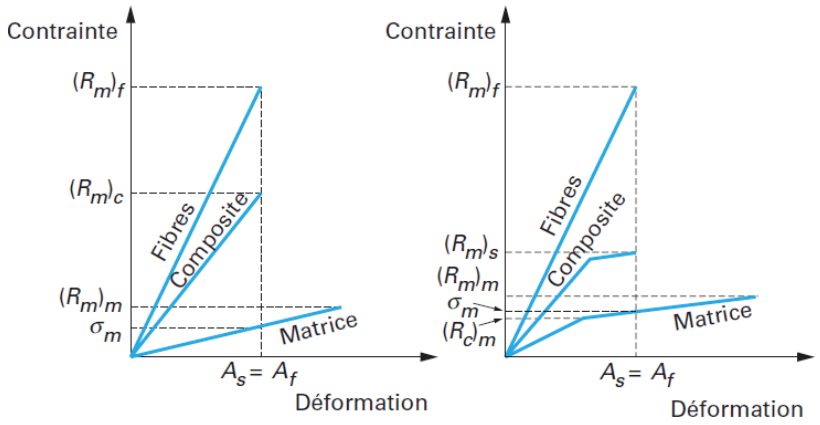


Figure 10 : Influence de la loi de comportement de la matrice sur les propriétés du composite unidirectionnel. Dans les deux cas, pour les composites de renforcement l'allongement à la rupture du composite est contrôlé par l'allongement à rupture des fibres (Hamelin 2010).

Un élément clé de l'évaluation des propriétés est la caractérisation du taux volumique et/ou le taux massique des différents matériaux constitutifs. Les fractions massiques sont plus faciles à

obtenir lors de la fabrication ou à l'aide d'une des méthodes expérimentales après fabrication. Toutefois ce sont les fractions volumiques qui sont utilisées dans la micromécanique des composites. Considérons un volume V_c d'un matériau composite qui se compose d'un volume V_f de fibres et de volume V_m de la matière de matrice. Les indices c, f et m représentent les matériaux composites, les fibres et la matrice.

Dans une première approche qui s'applique généralement bien pour les composites unidirectionnels de renfort utilisés en Génie Civil, les propriétés mécaniques en traction du composite sont égales à la somme pondérée de ses différents composants, selon la loi de Hook (Hamelin 2010). Dans le cas d'un composite avec un seul type de fibre, le module d'élasticité longitudinal peut être calculé à partir de :

$$E_L = E_{fL}.V_f + E_m.(1-V_f).$$

Avec E_{fL} le module des fibres dans la direction longitudinale, E_m le module élastique de la matrice et E_L le module théorique du composite dans la direction longitudinale. Il est possible de calculer la résistance ultime du composite à partir de l'expression :

$$f_{Lt} = f_{ft}\left[V_f \frac{E_m}{E_{fL}}(1-V_f)\right]$$

Avec f_{Lt} la contrainte de traction théorique du composite et f_{ft} la contrainte des fibres dans la direction longitudinale.

1.3 Cohésion et durabilité des composites de renfort collés

1.3.1 Les interfaces d'un matériau composite : phénomènes de l'adhésion

Après avoir considéré les matériaux communément utilisés en génie civil pour le renforcement de structure, il semble pertinent de considérer plus précisément les interfaces mises en jeu. La technique de renforcement du béton par matériau composite repose entièrement sur la technique de collage et sur la confiance que les composites collés en surface peuvent reprendre les efforts subis par le béton. Il y a donc plusieurs interfaces clés : une première interface entre les fibres de renfort et la matrice polymère et une seconde interface entre la matrice polymère et le support béton. Afin de comprendre et d'avoir les clés pour optimiser le nouveau composite, nous allons dans cette partie considérer de façon approfondie les phénomènes qui participent à l'adhésion.

La langue française distingue l'*adhérence*, état collé des matériaux, de l'*adhésion*, le phénomène dont découle l'adhérence (Cognard 2004). L'adhésion résulte de multiples phénomènes pluridisciplinaires, ce qui explique la difficulté de parler d'un modèle unique de l'adhésion. Chaque application emploie un modèle le plus adapté pour les phénomènes observés.

Les propriétés des surfaces conditionnent directement les liens à l'interface entre les deux matériaux. Lors du collage, il y a création d'une zone dite d' « interphase », aux environs directs de la zone de contact entre l'adhésif et le substrat. Elle s'étend aussi bien dans l'adhésif que dans

le substrat. Son épaisseur est estimée de 5 à 500 nm. La zone d'interphase présente des propriétés chimiques et physiques différentes de l'adhésif et du substrat et la nature de celles-ci conditionne les propriétés et la qualité du collage. L'interface est la zone contenue entre les deux interphases (Petrie 2000). La Figure 11 illustre les deux notions :

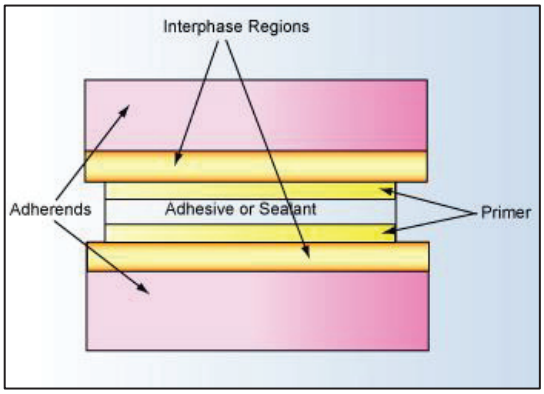


Figure 11 : Schéma explicatif de l'interface et l'interphase.

La synthèse de Darque-Ceretti et Felder (2003) présente différentes approches théoriques complémentaires au phénomène d'adhésion qui ont lieu dans la zone d'interphase : l'*ancrage mécanique*, la *création de liaisons intermoléculaires* et la *diffusion*.

- **La contribution mécanique** dépend directement de la rugosité et de la porosité de la surface. La topographie de la surface permet à la colle de pénétrer et de créer des zones d'ancrage entre adhésif et substrat. L' « ancrage mécanique » peut être présenté comme une combinaison de l'accroissement de l'énergie mécanique dissipée, due à la déviation de la rupture par les aspérités, et l'accroissement du nombre de sites réactifs due à l'augmentation de la surface favorisant l'adhésion (Darque-Ceretti 2003).
- **La création de liaisons chimiques** regroupe l'ensemble des liaisons interatomiques et intermoléculaires. Les liaisons *interatomiques* sont des combinaisons de liaison ionique et liaison covalente. Les *liaisons intermoléculaires* concernent les liaisons d'énergie faible entre molécules parmi lesquelles on distingue les liaisons Van der Waals et les liaisons hydrogène. On regroupe sous le terme de *liaisons de Van de Waal* les interactions intermoléculaires électrique de faible intensité où les molécules interagissent en tant que dipôles. La *liaison hydrogène* est à 90% électrostatique et résulte de l'attraction de l'atome d'hydrogène positivement chargé par les doublets électroniques libres un atome électronégatif tel que l'oxygène ou l'azote (Martin 1999).
- **Le phénomène de la diffusion** intervient principalement pour le cas des assemblages polymères, par exemple avec la colle époxy et/ou un solide polymère. Les bouts de chaînes macromoléculaires des deux polymères en contact peuvent s'interpénétrer et créer une interphase de 5 à 500 nm. Cette théorie développée par Voyustkii (1963) offre une explication au phénomène de cicatrisation observable dans certains polymères fissurés, appelé autohésion. La distance de pénétration est fonction de l'énergie d'activation de la diffusion, et en conséquence de la température, ainsi que de la compatibilité des polymères de par leur polarité et coefficient de solubilité.

L'adhésion est donc la somme de ces interactions micro et macroscopiques formant des liens entre les composants au niveau de l'interface. Le schéma récapitulatif de Marouani offre une synthèse éclairée des différents phénomènes mis en jeu (Marouani 2007).

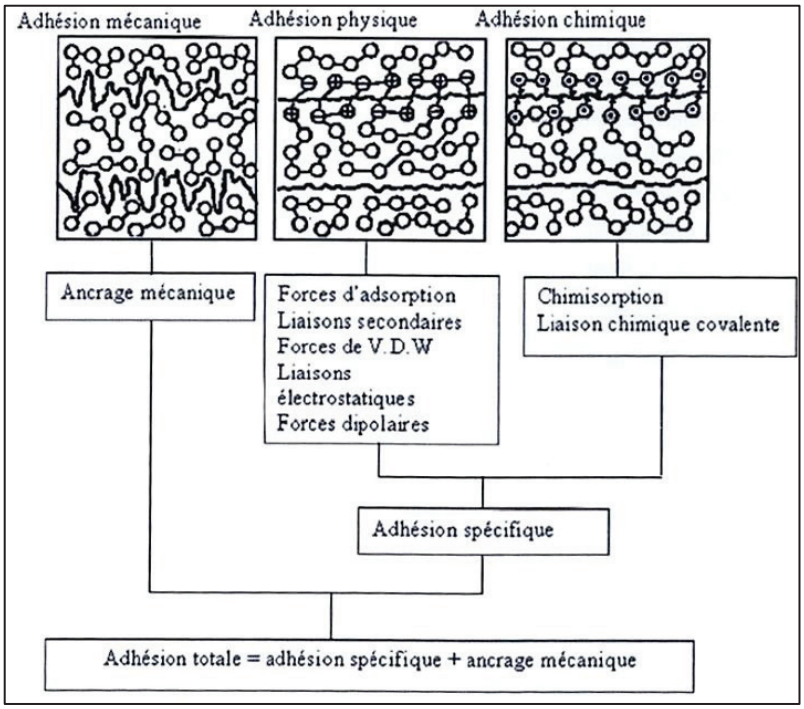


Figure 12 : Schématisation de l'adhésion totale (Marouani 2007)

L'ensemble interphase-interface assure donc la cohésion du composite et peut être considéré comme un composant à part entière. Nous nommerons à partir de maintenant l'interphase-interface juste interface par souci de simplification.

- **Notion de mouillabilité** : A la description des mécanismes de l'adhésion s'ajoute un autre aspect crucial dans la description du collage, la notion de mouillabilité. Le terme de mouillage recouvre tous les phénomènes apparaissant lorsqu'un liquide est mis en contact avec un solide ou un liquide non miscible. Celle-ci traduit en quelque sorte l'affinité d'un liquide pour le solide sur lequel il est mis en contact. Ce modèle attribué à Sharpe et Schonhorn (1964) découle de la notion d'énergie superficielle. Dans le cadre du collage, une bonne mouillabilité traduit la pénétration capillaire facile de la colle sur le support, améliorant l'imprégnation et ainsi l'adhérence.

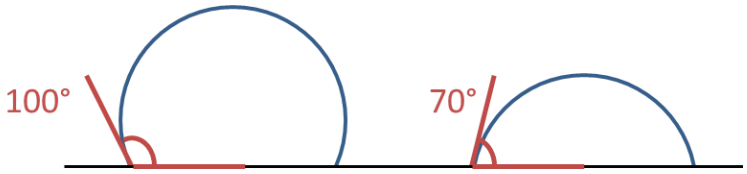


Figure 13 : Illustration de deux liquides en contact avec un support plat mais de tensions superficielles différentes.

La performance du collage dépend à la fois de l'interaction de la colle avec les surfaces solides au niveau des interphases et de la cohésion interne de l'interface. Dans le cas d'une faible cohésion

de l'interface, la rupture aura tendance à se faire dans la zone de transition, tandis qu'une forte cohésion résultera en une rupture à l'intérieur d'un des solides. La cohésion de l'interface et l'interaction avec les solides dépendent principalement de la nature de la colle utilisée, toutefois des traitements de surfaces peuvent améliorer l'interaction avec la colle en favorisant certains mécanismes de l'adhésion (Petrie 2004).

1.3.2 Interface entre support béton/ composite de renfort

Avant le collage, le béton doit subir un nettoyage de surface afin d'optimiser la liaison entre le polymère adhésif et le béton. Cette étape doit éliminer les impuretés résiduelles de la surface du béton afin d'assurer un meilleur *mouillage* et créer une certaine *rugosité*. Différentes techniques sont utilisées parmi lesquelles le sablage, ou le décapage avec une scie diamantée. Ces techniques peuvent évidemment se combiner, mais ceci présente peu d'intérêt, chaque étape coûtant un temps précieux (Backelandt 2005).

L'abrasion de la surface crée une augmentation de la rugosité, élevant la surface réelle de contact, tout en créant des angles très ouverts. Une élévation de la surface réelle de contact permet d'augmenter l'énergie de rupture (Toutanji 2001). En débarrassant le béton des impuretés de surfaces telles que des huiles ou des oxydes qui pourraient interférer avec la formation de liaison, le nettoyage de surface permet que l'énergie de surface du béton soit maximale. Selon l'aspect thermodynamique de l'adhésion, la tension superficielle de l'adhésif doit être inférieure à celle du béton (Marouani 2007).

L'échec de l'assemblage composite/béton peut avoir lieu selon différents modes rupture : une rupture adhésive entre la colle et le support ou entre la colle et le composite, une rupture cohésive du composite, de la colle ou du béton ou une rupture mixte de ces différents modes de rupture (Châtaigner 2010). Dans le cas d'une rupture adhésive, la colle n'est pas adaptée ou les deux éléments nécessitent un traitement de surface préliminaire. Dans l'idéal la rupture aura lieu dans le support béton, la colle et le composite n'étant ainsi pas l'élément limitant de l'assemblage et le béton ne pouvant pas être « plus renforcé ».

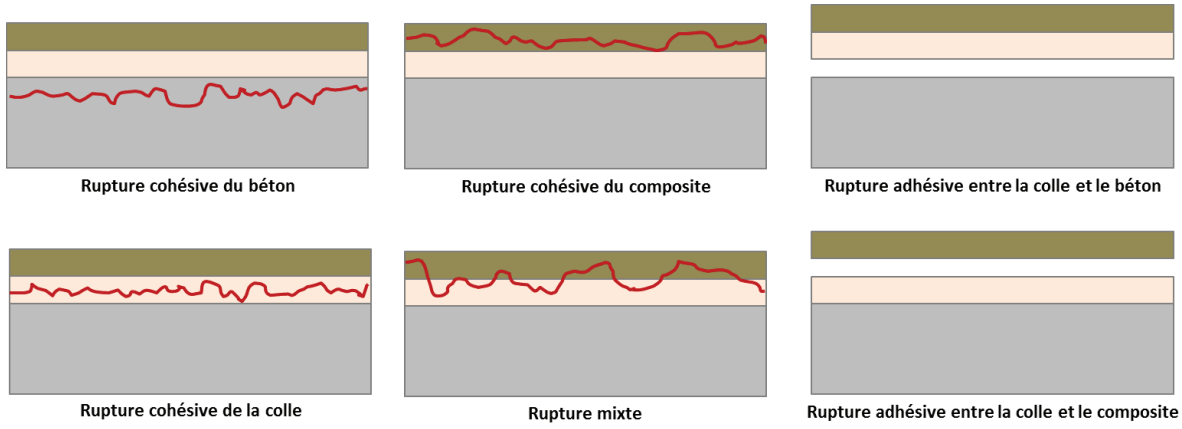
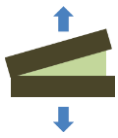
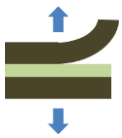


Figure 14 : Différents mode de rupture de l'assemblage béton/composite (Châtaigner 2010)

Les joints de colle peuvent être soumis à différents types de sollicitations mécaniques, comme résumés dans le Tableau 8. Les composites de renfort de structures peuvent être amenés à

endurer tout type de sollicitations au cours de leur utilisation. Toutefois dans le cas des assemblages béton/composites, les contraintes subies par le béton se transmettent vers les renforts composites par la couche d'adhésif polymère qui se trouve majoritairement sollicité en cisaillement. Parmi les essais utilisés dans le cas de collage de composites sur support béton, les essais d'arrachage avec un effort transmis à la surface du composite par des pastilles sollicitées en traction sont les plus faciles à mettre en œuvre. Les configurations expérimentales pour étudier Les assemblages doivent privilégier le mode de sollicitation approprié afin d'obtenir des données pertinentes reproduisant les phénomènes mis en jeux.

Tableau 8 : Principaux types de sollicitation d'un joint collé (Houhou 2012).

Traction : contraintes normales au plan de joint collé	**Cisaillement :** contraintes tangentielles au plan de joint collé	**Clivage :** contrainte normale localisée sur le bord avec adhérents rigides	**Pelage** : similaire au clivage lorsque l'un des adhérents est souple
			

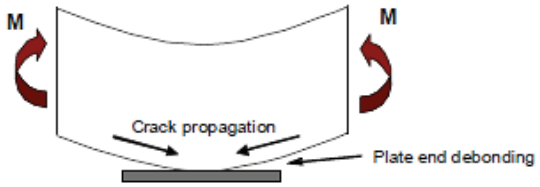
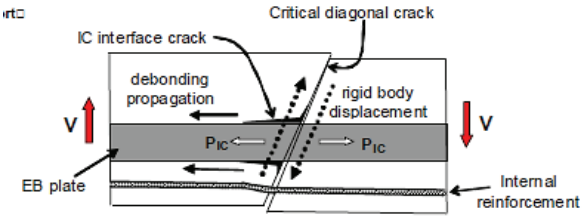
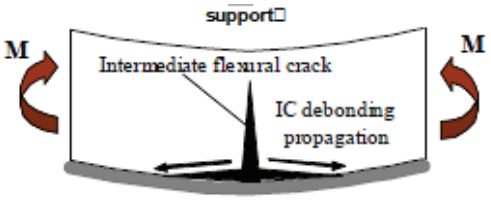
Les études menées jusqu'à présent sur la rupture de l'interface béton-composite de renfort (Chajes 1996, Oehlers & Serancino 2004, Yao 2005, Liu 2007) ont permis d'identifier trois modes de ruptures principaux des assemblages béton-composite de renfort : (1) décollement de l'extrémité de la plaque de renforcement, (2) rupture par fissuration diagonale critique, (3) rupture par fissuration intermédiaire.

1) Le décollement de l'extrémité de la plaque de renforcement est causé par l'existence d'un fort cisaillement interfacial et de contraintes normales à cause de l'arrêt brutal de la plaque. Lorsque le support se plie, la plaque composite s'oppose à cette déformation, provoquant ainsi la formation de fissures aux extrémités de la plaque. Celles-ci se propagent généralement lentement d'abord, puis rapidement jusqu'au décollement du composite.

2) La rupture par fissuration diagonale critique est également connue sous le nom de décollement par cisaillement vertical. La formation des fissurations diagonales induit un glissement et une déformation du composite de renfort à partir de la fissure entraînant un décollement du composite à partir de la fente diagonale. Comme la fissure diagonale critique intercepte la plaque, la propagation des fissures de décollement à l'interface de la plaque / béton dépend de la force de décollement IC. Le décollement par fissuration verticale est une défaillance subite, sans avertissement visuel.

3) La rupture par fissuration intermédiaire est associée à la formation de microfissures de flexion ou de flexion-cisaillement au voisinage de la plaque. Celles-ci induisent des concentrations de contraintes à l'interface béton/composite de renfort. La fissure principale se produit généralement à la position, où les contraintes sont maximales. Les fissures se propagent ensuite entre les microfissures de flexion jusqu'à l'extrémité du renforcement.

Tableau 9 : Principaux modes de ruptures des assemblages béton-composite (Châtaigner 2010)

(1) décollement de l'extrémité de la plaque de renforcement	
(2) rupture par fissuration diagonale critique	
(3) rupture par fissuration intermédiaire	

Il apparait que la rupture par fissuration intermédiaire est la première cause d'échec des assemblages composites-béton. Dans ce type de rupture l'interface est principalement soumise à des contraintes de cisaillement. De nombreuses études confirment que la compréhension du phénomène de cisaillement à l'interface entre le composite et le béton est la clé pour comprendre les mécanismes de défaillance du renfort composite (Yuan 2004, Meshgin 2009, Meaud 2011).

1.4 Bilan sur les composites de renfort de structures en béton

Le renforcement de structures en béton par collage en surface de polymères renforcés de fibre est une technique efficace et éprouvée. Sa facilité et rapidité de mise en œuvre en font une technique de prédilection pour renforcer les structures afin pour prolonger leur durée de vie et assurer la sécurité des usagers. Cette technique repose sur le transfert des efforts entre le support béton et les fibres de renfort. Afin de garantir la sécurité de la structure globale de l'élément de renforcement, il est important que les systèmes composites utilisés soient bien conçus et exécutés. Différentes guides de recommandation proposent des directives pour la conception et le dimensionnement des composites de renfort.

Divers systèmes de renfort composites sont disponibles commercialement. Les performances des composites de renfort sont intrinsèquement commandées par la microstructure, qui est à son tour contrôlée par: 1) le choix des matériaux constitutifs (le type et le volume de fibres, le type de matrice résine, 2) la qualité de l'interface fibre/matrice, 3) et le processus de mise en œuvre.

2. Composites renforcés par fibres naturelles de lin

Comme nous l'avons constaté, l'utilisation de polymères renforcés de fibres présentent de nets avantages : une résistance importante, une faible densité, une bonne résistance à la corrosion, et peu de frais de maintenance. Toutefois ces matériaux par leur nature peuvent difficilement être considérés comme écologiques, et sont difficilement recyclables. Les fibres de verre et de carbone sont synthétisées à partir de ressources pétrochimiques non renouvelables. De plus, leur transformation est énergivore et peut générer des composés toxiques pour le transformateur. Enfin, leur gestion de fin de vie est complexe et peu viable économiquement. Or les débris dus à la construction et démolition représentaient près de 10% à 30% des entrées de déchets dans les décharges (Fishbein 1998). Qui plus est, l'augmentation du prix des dérivés des matières fossiles et une prise de conscience écologique des populations conduisent à un véritable mouvement de « mise au vert » de l'industrie, que ce soit dans le développement de nouveaux bioplastiques ou bien de nouveaux emballages, et ce dans tous les domaines, aussi bien l'automobile que le génie civil (Bledzki 1999).

2.1 Généralités : Composites polymères renforcés par fibres végétales

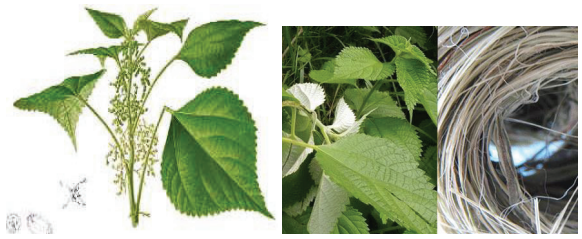
2.1.1 Enjeux des fibres naturelles comme renfort

Les fibres naturelles semblent être une alternative de moindre impact environnemental que les fibres issues de matières fossiles, grâce à leur faible densité, leur faible coût et leurs propriétés spécifiques compétitives. Le terme « fibres naturelles » regroupe les fibres organiques d'origine végétale (cellulosique) et animale (protéinique), et les fibres minérales comme l'amiante. Toutefois dans le cadre de ce travail, les fibres naturelles désigneront plus spécifiquement les fibres végétales. Parmi les fibres végétales se distinguent les fibres provenant des poils séminaux des graines comme le coton ; les fibres libériennes extraites de tiges de plantes comme le lin, le chanvre ou le jute ; et les fibres issues de feuilles comme le sisal, de troncs ou d'enveloppes de fruits comme la noix de coco.

Les fibres végétales comme le jute, sisal ou la coco sont très abondantes dans les pays en voie de développement comme l'Inde, le Sri Lanka et certains pays africains, mais ne sont pas toujours exploitées de façon optimale. Ces fibres sont utilisées pour la production de textiles, de fils, de cordes, de nattes ou de papier, ainsi que des articles variés comme les décors de mur, nappes, sacs à mains ou portefeuilles. Toutefois ces applications habituelles des fibres naturelles sont de plus en plus remises en question par l'introduction de matières synthétiques plastiques comme le nylon. Il y a donc un réel besoin de diversification des débouchés de ces fibres (Satyanarayana 1990).

Le chanvre (*Cannabis sativa L*) est une plante annuelle originaire d'Asie centrale et cultivée dans la plupart des pays tempérés. Il est principalement produit en Italie, en Russie et en Yougoslavie (Farnfield 1975). Le terme « chanvre » est souvent utilisé abusivement pour désigner de façon générique différentes plantes exploitées pour leurs fibres, comme l'abaca (manila hemp), sisal (sisal hemp), etc. Le chanvre est l'une des plantes les plus exploitées comme renfort de matrices polymères. (Summerscales 2010)

La ramie (*Boehmeria nivea*) est une plante textile de la famille des orties utilisée pour la production artisanale. 6 000 ans d'utilisation en font l'une des plus anciennes plantes textiles et papiers utilisées. Elle forme des touffes de 1,5 à 3 m de haut avec de larges feuilles. La fibre de ramie est généralement utilisé en mélange avec d'autres fibres telles que le coton ou la laine.



Le kenaf (*Hibiscus cannabinus*) est une plante annuelle originaire d'Afrique centrale et cultivée en Inde, en Afrique et en Asie. Cette plante a une croissance très rapide, pouvant atteindre des hauteurs de 5m en quelques mois. Elle présente des propriétés similaires au jute et est souvent utilisée en mélange avec ce dernier.

Le lin (*Linum usitatissimum*) est une plante annuelle cultivée pour ses fibres ou pour des graines oléagineuses selon les espèces. Le lin textile est produit en Belgique et en France, ainsi qu'en Pologne et en Russie. Les tiges d'une hauteur de 1m environ sont coupées et laissées rouir en champs afin de préparer l'extraction des fibres qui se trouvent dans les tiges.

Le jute (*Corchorus capsularis/olitorius*) est une plante arbustive de 2 à 4 m de haut, à tige rigide et fibreuse de 2 cm de diamètre environ, ramifiée seulement dans la partie supérieure. L'Inde fournit 60 % et le Bangladesh 30 % de la production mondiale, dont la plus grande partie est transformée localement.

La fibre de coco ou coir (*Cocos nucifera*) est une fibre végétale, naturelle qui entoure et protège la noix de coco, fruit du cocotier. Aujourd'hui, une vraie activité découle de cette culture, qui fait vivre près de 20% de la population dans certains états d'Inde.

Tableau 10 : Propriétés mécaniques moyennes en traction de diverses fibres naturelles.

Fibres	Densité	Module E (GPa)	Module spécifique (E/densité)	Contrainte (MPa)	Allongement (%)	Réf.
Verre E	2,54	72 - 73	28	2000 - 2400	3	*Baley 2004*
Lin	1,53	43 - 72	35	900 - 1800	2,5 – 4,1	*Troger 1998*
Ramie	1.56	50 - 80	4	500 - 1000	1,2–3,8	*Troger 1998, Batra 1998*
Chanvre	1,07	35	20.6	390	1,6	*Charlet 2009*
Jute	1,44-1,48	26,5	18.4	393-780	1,5–1,9	*Dittenberg 2012 Ramesh 2013*
Sisal	1,34-1,45	9-21	10.3	610-720	3 -7	*Ramesh 2013*
Coton	1,55	5,5 – 12,6	5.8	287 - 597	7 - 8	*Bourmaud 2010, Batra 1998*
Coir	1,2	4 - 6	4.2	150 - 175	15 -40	*Faruk 2012*
Abaca	1,5	12	8	400	3-10	*Faruk 2012*

Une des difficultés des fibres naturelles est la grande variabilité de leurs propriétés mécaniques comparée aux propriétés très contrôlées des fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques des fibres naturelles végétales dépendent en effet de la structure, la composition chimique, les angles micro-fibrillaires, la tailles des cellules et les défauts des fibres considérées. Plus la fibre contient de cellulose et plus la fibre unitaire sera rigide et résistante, ce qui découle logiquement du fait que la cellulose est le composé le plus rigide et résistant de la fibre (Yan 2014).

Le type de traitement d'extraction est l'un des facteurs clé de la qualité de la fibre. La dégradation microbienne comme dans le cas du rouissage commence à l'intérieur de la fibre et se prolonge en fonction des conditions environnementales. Afin d'optimiser les propriétés de fibres finales, les structures supramoléculaires de fibres doivent être conservées de façon optimale. Il est donc crucial d'arriver à déterminer le moment précis où interrompre le processus. Ce processus de dégradation peut maintenant être partiellement remplacé par des processus physiques ou des traitements chimiques. Dans le procédé d'explosion à la vapeur, la vapeur sous pression et à haute température pénètre entre les faisceaux de fibres et dégrade la lamelle mitoyenne et les différentes substances d'adhésion des fibres solubles dans l'eau. Celles-ci peuvent ensuite être éliminées par lavage et rinçage (Bledzki 1999).

Les fibres végétales ont de nombreux avantages sur les fibres synthétiques :

- Les fibres végétales sont une matière première renouvelable et disponible ;
- Lors de la fin de leur cycle de vie par combustion ou mise en décharge, la quantité libérée de CO_2 est neutre par rapport à la quantité assimilée pendant la croissance de la plante ;
- Les composites avec des polymères biodégradables comme matrice peuvent être compostés à la fin de leur vie.

Cependant, il existe un certain nombre de facteurs qui pourraient limiter l'adoption commercial de ces fibres comme des renforts (Summerscales 2010) :

- Leur caractère biodégradable les rend plus vulnérables aux attaques environnementales et laisse présager une durée de vie du matériau bien inférieure aux fibres de verre;

- Les plantes cultivées dans les zones tempérées sont normalement récoltées à la fin été ou en automne, qui a des implications importantes pour la chaîne d'approvisionnement ;
- Leurs propriétés sont tributaires des conditions météorologiques pendant la croissance ;
- Le rouissage est difficile à optimiser afin de ne pas dégrader les propriétés des fibres ;
- Les fibres peuvent ensuite subir des dommages mécaniques pendant la récolte mécanisée ;
- La proportion de fibres extraites d'une tige est de l'ordre de<10% en poids et les coproduits présentent peu de valeur commerciale;
- Les fibres ont une section transversale irrégulière avec un vide central (lumen) qui rend la détermination de leurs propriétés mécaniques complexe ;
- Les propriétés qui dépendent de la teneur en eau (caractère hydrophile de la cellulose) ;
- Les fibres se dégradent dès des températures de 200°C, de sorte que le choix du type de mise en œuvre et de la matrice pour le composite est limité.

2.1.2 Evolution des recherches sur les composites renforcés par fibres naturelles

Ce début de 21ieme siècle est le siège d'un regain d'intérêt pour les fibres naturelles. Le nombre croissant de publications sur ce sujet en est un marqueur majeur (Beaugrand 2014).Bien que l'utilisation de fibres végétales, autres que le bois ou le coton comme renforts de composite ait triplé au cours des 10 dernières années, ceux-ci ne représentent toujours que 1.9% du marché européen des composites polymères renforcés de fibres. Les applications commerciales sont à plus de 95% dans le marché de l'automobile pour des composants intérieurs, suivi du domaine de la construction (cadres de fenêtres, panneaux de toits, parties de ponts), le domaine du sport (coque de bateaux, canoë, cadres de vélos, raquettes de tennis), le domaine des meubles et des produits de consommation (chaises, tables, casques, valises et emballages) et le domaine de la tuyauterie et réservoirs. Dans la plupart de ces applications les fibres végétales ne sont utilisées que comme des charges légères, peu coûteuses et « écologiques » (Shah 2013).

Les premiers travaux de recherche sur les composites renforcés par fibres naturelles utilisaient des matrices thermodurcissables. Les matrices les plus employées sont les polyesters, les vinyles esters et les résines époxy (Mishra 2003, Rao 2010). Ces dernières matrices époxy sont largement les plus présentes parmi les publications, en raison de leurs très hautes propriétés mécaniques et résistance aux dégradations environnementales (Yan 2014, Li 2015).

Toutefois au cours des dix dernières années les travaux s'orientent vers des matrices thermoplastiques. La plupart des techniques de mise en forme utilisées avec les fibres synthétiques peuvent être considérées. Toutefois les fibres naturelles ne doivent pas être soumises à des températures supérieures à 180–230 °C sur des périodes de temps prolongées sous peine de voir une perte considérable de leurs propriétés mécaniques (Mohanty 2001, John 2008a). De ce fait les techniques de mises en œuvre et les matrices doivent être adaptées à ces contraintes (Gourier 2014). Le polymère thermoplastique le plus utilisé avec les fibres naturelles est le polypropylène (PP) grâce à sa faible densité, sa facilité de transformation et ses bonnes propriétés mécaniques (Van de Weyenberg 2006, Oksman 2003). Les polyéthylènes (PE)

et le polystyrène (PS) sont aussi largement utilisés (Valadez-Gonzalez 1999, Alix 2009, Yan 2014). La plupart des études concerne des fibres courtes ou des nattes non tissées.

- **Composites naturels à matrice biosourcée**

Les recherches s'orientent de plus en plus vers des matériaux écologiquement optimisés que sont les biopolymères. Dans l'idéal il s'agit de réussir à renforcer une matrice polymère biologiquement biodégradable avec des fibres naturelles.

Il est intéressant de noter la différence entre les terminologies de bioplastique, plastique biosourcé ou biodégradable. Les polymères biodégradables ne sont pas tous biosourcés. Ils peuvent être biosourcés, à partir de ressources renouvelables, ou bien synthétiques à base de pétrole. De même les polymères biosourcés ne sont pas tous biodégradables ! Il est aussi important de retenir que la plupart des époxy biosourcés synthétisés à partir d'huiles végétales sont composés de Bisphénol A. Ces résines peuvent avoir un impact environnemental moindre au niveau des matières premières mais ne seront souvent pas moins nocives pour l'utilisateur !

La plupart des essais sur composite renforcé par fibres naturelles concerne des matrices biosourcées biodégradables ; mais des polymères non biodégradables ont aussi été testés tels que des polyéthylènes (UPE/HDPE) (Alix 2009,2011, Valadez-Gonzalez 1999) ou des époxy (Van de Weyenberg 2006). Parmi les polymères biodégradables utilisés avec des fibres végétales se distinguent les polyesteramides (PEA), les polyactides (PLA) (Oksman 2003, Le Moigne 2014), les polyhydrobutyrates (PHB) (Bodros 2007), les polyhydroxybutyrate-co-hydroxyvalerates, et différentes résines époxy à base de protéines de soja. La plupart des biopolymères présentent des températures de mise en forme relativement basses, et donc adaptées aux fibres naturelles ; comme le PLA avec une température de transition vitreuse T_g de ~58 °C et une température de fusion de 130–230 °C. Malheureusement, la plupart des polymères biodégradables ont un coût initial bien supérieur aux polymères plus usuels, de trois à cinq fois plus élevé que des résines de PP ou PE (Netravali 2003).

- **Propriétés mécaniques des composites naturels**

Les propriétés mécaniques des composites naturels sont influencées par la proportion de fibres, la nature des fibres courtes/unidirectionnelles/type de tissage ainsi que la mise en forme. La résistance à la contrainte des composites naturels augmente avec le pourcentage volumique de fibres jusqu'à un maximum pour un taux massique de fibres de 50-70% (Ku 2011). Les propriétés mécaniques des matériaux composites renforcés de fibres sont intimement liées aux propriétés de l'interface fibre/matrice polymère. Le caractère hydrophile des fibres naturelles conduit à une absorption importante et peut affecter l'interface avec la matrice polymère hydrophobe par gonflement différentiel et conduire à un vieillissement prématuré (Dittenberg 2012).

Tableau 11 : Exemples des propriétés de composites FRP renforcés par fibres naturelles longues.

Matrice	Fibres	Mise en forme	V_{wt} (%)	Forme fibres	Contrainte traction (MPa)	Module E (GPa)	ε (%)	Référence
Thermoplastiques								
Polyéthylène (PE)	Chanvre	Injection	20	UD	32.9	1.42	-	Rouisson 2006
	Chanvre		35	UD	60.2	1.74	-	
	Sisal	Thermo-compression	15	courtes	32.0 ± 2.3	1.11	-	Choudhury 2008
			20	courtes	32.8 ± 2.8	1.22	-	
	Coir	-	22	courtes	24.0	0.7	-	Brahmakumar 2005
Polypropylène (PP)	Lin	Extrusion	40	UD	29	7.6	1.5	Oksman 2003
	Abaca	Injection	-	courtes	42.0 ± 0.5	4.9 ± 0.1	1.7	Bledzki 2010
	Jute		-	courtes	47.9 ± 2.7	5.8 ± 0.5	1.4	
Thermodurcissables								
Polyester	Sisal	Thermo-compression	30	natte	69	-	-	Mishra 2003
	PALF		25	natte	42	-	-	
	Vakka		37 v	UD	66.0	1.79	-	Rao 2010
	Sisal		37 v	UD	50.0	1.6	-	
	Bambou		37 v	UD	121.5	2.23	-	
Epoxy	Ramie	Injection sous vide	34 v	2D	82	7.2	-	Li 2015
	Jute		34 v	2D	56	5.6	-	
Biosourcées								
Acide Polylactique (PLA)	Lin	Extrusion	40	UD	44	7.3	0.9	Oksman 2003
	Abaca	Injection	-	courtes	74.0 ± 0.7	8.0 ± 0.3	1.4	Bledzki 2010
	Jute		-	courtes	81.9 ± 2.9	9.6 ± 0.4	1.8	
	Lin	Empilement couches par Thermo-compression	30	natte	100.0 ± 5	7.9	0.3	Bodros 2007
Poly(β-hydroxy-butyrate) (PHB)	Lin		30	natte	40.0 ± 2	4.5 ± 0.2	0.2	
Poly-L-lactide (PLLA)	Lin		30	natte	99.0 ± 6	9.7 ± 0.5	0.2	

Les traitements de surface chimiques des fibres naturelles ont pour but d'améliorer le mouillage des fibres par la matrice polymère, et ainsi d'améliorer les propriétés au cisaillement interfaciale et la durabilité du composite en diminuant le caractère hydrophile des fibres en liant des groupes hydroxyles en surface. Les traitements chimiques sont effectués soit par introduction de composés dans la matrice, soit par ensimage (trempage ou pulvérisation) avant leur incorporation dans la matrice. On peut distinguer trois types de traitements de surface :

1) Les *traitements de décapage de la surface* de la fibre, qui augmentent sa rugosité et ainsi l'adhérence mécanique avec la matrice durcie.

2) Les *traitements de pré-imprégnation* par un polymère de très basse viscosité ou dilué pour améliorer l'imprégnation.

3) Les *traitements de dépôt ou de greffage en surface* de différents composants chimiques favorisent la compatibilité entre les fibres et la matrice en améliorant la mouillabilité des fibres, voire en formant des liaisons entre fibres et matrice (Joffe 2003).

Les méthodes physiques, tels que le teillage, le peignage, les traitements thermiques, et le tissage, parfois avec des fils de nature différentes, ne changent pratiquement pas la composition

chimique de la fibre (Bledzki 1999). Toutefois la surface des fibres s'en trouve modifiée et de nombreuses recherches ont pu mettre en évidence une amélioration de l'adhérence (Panigrahy 2006).

2.2 Les fibres de lin techniques

Afin de comprendre le matériau mis en jeu dans le composite et d'améliorer l'ancrage entre les fibres et la résine, il convient dans un premier temps de s'intéresser à la plante de lin et à la structure microscopique des fibres.

2.2.1 Que sont exactement les fibres de lin ?

Le lin est une plante annuelle dicotylédone de la famille des Linacées. Elle fut l'une des premières espèces végétales cultivées par l'homme. A travers le monde, environ 200 variétés de lins sauvages se maintiennent naturellement. Toutefois ces lins sont « courts » et branchus, vivaces ou sensibles aux maladies, pauvres en fibres ou avec des fibres fragiles. Le lin cultivé est issu de sélections successives de l'espèce *Linum usitatissimum*, du latin « le lin le plus utile », par l'homme depuis l'époque gallo-romaine dans le but d'une utilisation textile. Les multiples variétés de Linum usitatissimum actuellement cultivées ont été optimisées selon les régions de culture et les produits à élaborer (Flax council 2014).

Figure 15 : (a) Original book source: Prof. Dr. Otto Wilhelm Thomé Flora von Deutschland, Österreich und der Schweiz 1885, Gera, Germany, (b) Photo de fleurs de lin.

Le lin ne produit pas de déchets, toute la plante est utilisée. La graine est pressée pour faire de l'huile, base des peintures ou des résines. Les tourteaux, riches en anti-cholestérol, seront consommés par les animaux. Les fibres longues sont exploitées dans l'industrie textile et les fibres courtes partent essentiellement en papeterie (65%) ou en débouchés techniques comme renfort de différents matériaux comme des tableaux de bords de voitures. La paille sert à 80% pour la confection de panneaux agglomérés, à 15% pour la litière des chevaux et le reste au paillage écologique des massifs pour limiter le développement des mauvaises herbes. Pour des

raisons pratiques, on distingue entre le lin dit oléagineux, optimisé pour la production de graines, et le lin dit fibre, optimisé pour la production de fibres textile; bien que dans les deux cas le reste de la plante soit évidemment aussi exploité.

La multiplicité des usages du lin ne facilitent pas le recensement des différentes productions, déclarées selon la valorisation principale de la récolte. Depuis le milieu des années 90, le Canada se maintient en tête des producteurs et exportateurs de lin oléagineux dans le monde avec une production annuelle de l'ordre de 500 tonnes de graines, suivi par la Chine, les Etats-Unis et la Russie (Flax council 2014). Toutefois 85% de la production mondiale de fibre de lin teillé est d'origine européenne et la France est le leader mondial avec environ 75% de la production mondiale de lin teillé, comme le rappelle la Confédération Européenne du Lin et du Chanvre (CELC 2014).En 2007 l'Union Européenne produisit 122 000 tonnes de lin fibres, suivi en deuxième place par la Chine avec une production d'environ 25 000 tonnes. La Chine est aussi le plus gros acheteur mondial de fibres de lin, dont une bonne partie de la production européenne, important plus de 60 000 tonnes par an pour la production textile (CECL 2014).

La culture de lin fibre nécessite des terres profondes et riches en limons, et des températures modérées pendant toute la croissance de la plante. Environ 75 000 hectares sont consacrés en Europe occidentale à la production de lin fibre. La Haute et Basse-Normandie, la Picardie et le Nord-Pas-de-Calais, ainsi le l'Est de l'Île-de-France concentrent 99% de ces parcelles françaises. Si 90% du lin européen est toujours destiné au marché textile, 10% sont désormais dédiés aux débouchés techniques tels que l'écoconstruction, l'isolation, l'industrie automobile, les équipements de sports, la papeterie (CECL 2014).

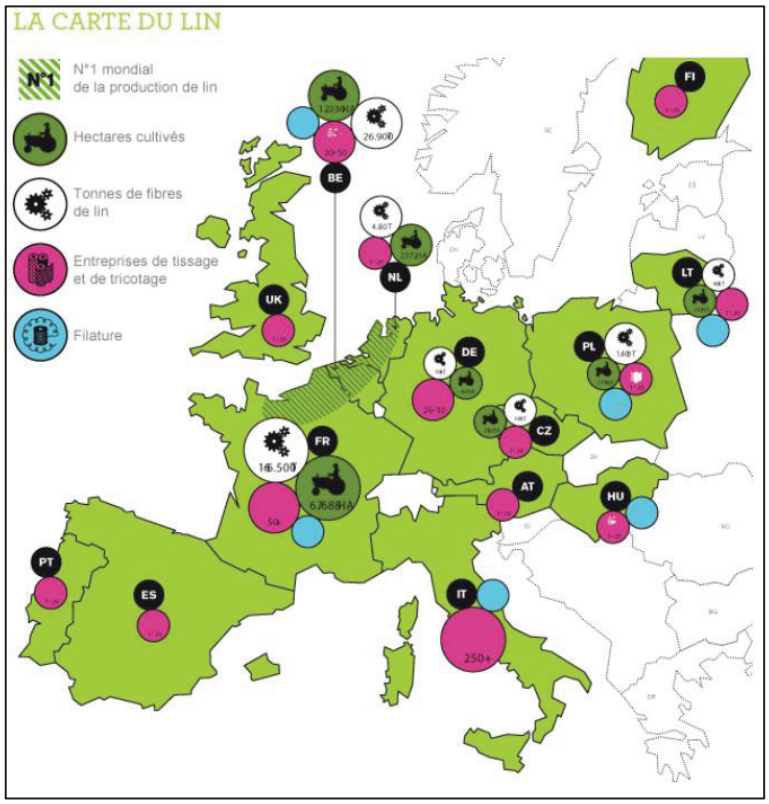


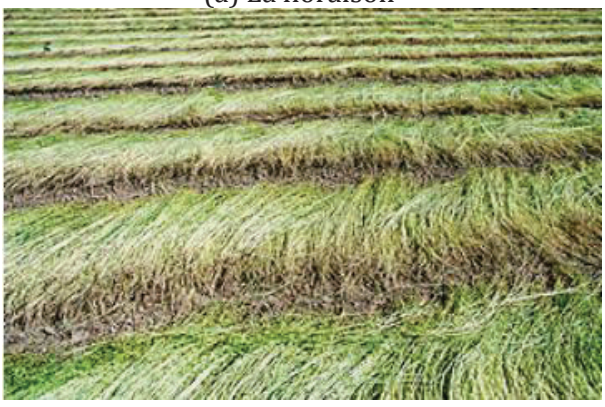
Figure 16 : Carte de la production de lins en Europe (CECL 2014).

- **Transformation des fibres de lin**

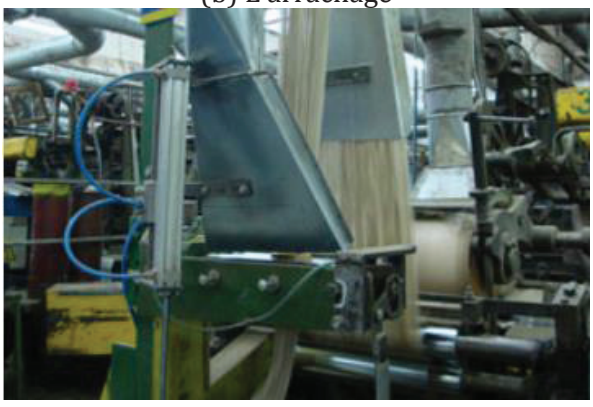
Les différentes étapes de la plante au textile sont détaillées sur le site de la Confédération Européenne du Lin et du Chanvre (CELC 2014). Le cycle de vie du lin est court, avec seulement 100 jours entre l'***ensemencement*** en mars et la ***récolte*** en juillet. La récolte a lieu par arrachage des tiges défoliées, qui sont ensuite déposées au sol afin que la pluie et le soleil permettent l'action des micro-organismes naturellement présents dans le sol. Cette étape appelée **rouissage** élimine la pectose qui lie les fibres textiles à la partie ligneuse de la plante. Afin d'exploiter les fibres contenues dans l'enveloppe extérieure de la tige, il est nécessaire de les extraire par teillage. Le ***teillage*** est un processus mécanique comprenant les étapes successives de l'égrenage, l'étirage, le broyage et le battage des tiges. Lors de ce processus les graines oléagineuses, les fibres longues (longs brins ou filasses) et les fibres courtes (étoupes) sont séparés du reste de la tige (anas).Les fibres longues subissent la phase de ***peignage,*** qui calibre, étire et parallélise les fibres. Les fibres destinées à l'industrie textile sont ensuite transformées en fil lors de la ***filature***, qui comprend différentes étapes d'étirage et de torsion.

(a) La floraison

(b) L'arrachage



(c) Le rouissage



(d) Le peignage

Figure 17 : Illustrations de différentes étapes de transformation des fibres de lin (CECL 2014)

2.2.2 Intérêts économique, écologique et mécanique des fibres de lin

Un aspect certain de l'intérêt du lin par rapport aux autres fibres naturelles est sa production massive en Europe, et plus particulièrement en France, qui en fait un produit national à valoriser et à utiliser dans la transition écologique de ce début de 21ième siècle. De plus le lin est une plante annuelle produite en quantité suffisante pour envisager une utilisation future de grande échelle.

- **Des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes**

De nombreuses publications soulignent les bonnes propriétés mécaniques des fibres de lin dans la littérature (Mohanty 2001, Bledzki 1999, Baley 2012, Dittenberg 2012). Toutes les études s'accordent sur le fait que les fibres de lin présentent des propriétés mécaniques comparables à celles des fibres de verre. Dittenberg et GangaRao (2012) ont aussi introduit une nouvelle valeur plus pertinente pour comparer le coût et l'intérêt technique des différentes fibres : le coût potentiel pour une quantité de fibre capable de résister une charge de 100kN (Figure 18 b). Selon le résultat de cette approche, les fibres de lin et de bambou offrent les meilleures combinaisons d'un coût réduit avec de bonnes propriétés mécaniques, contrainte de rupture et module élastique.

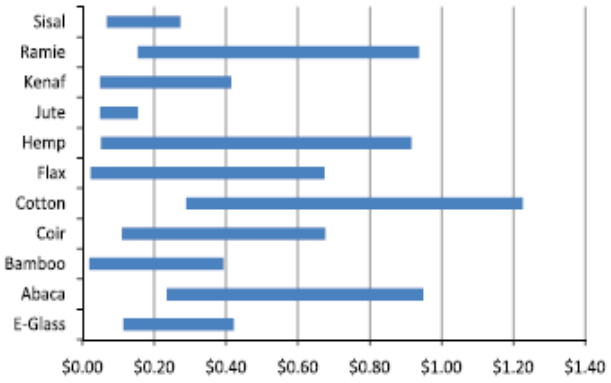


Figure 18 : (a) Comparaison des prix par unité de longueur capable de résister une charge de 100 kN de différentes plantes naturelles (Dittenberg & Ganga Rao 2012).

- **Un avantage écologique sur les fibres synthétiques**

Force est de constater que le manque de régulation de la part des gouvernements permet aux entreprises d'exagérer le côté écologique de leur produit pour se donner une image responsable dans l'opinion publique. Ce phénomène appelé blanchiment écologique, de l'anglais Greenwashing (= green + brainwashing) décrédibilise sérieusement les activités liées aux fibres naturelles. De plus l'utilisation de matières premières dites naturelles ne conduit pas systématiquement à un produit respectueux de l'environnement. Afin d'avoir une approche réellement écologique, il s'agit de mener une réflexion globale non seulement sur le choix des matériaux, mais aussi, sur la fabrication, l'utilisation et la fin de vie des produits. L'écoconception se définit comme l'intégration des critères environnementaux dès les premières étapes de la conception d'un produit et sur tout son cycle de vie.

La méthode de l'Analyse du Cycle de Vie (ACV) se base sur la notion de développement durable en fournissant un moyen efficace et systémique pour évaluer les impacts environnementaux d'un produit, d'un service, d'une entreprise ou d'un procédé. Les impacts environnementaux sont définis et quantifiés selon des méthodes normalisées (ISO 14044- ISO 1444 2006) afin de fournir des indicateurs environnementaux fiables et lisibles. Les produits à comparer sont ramenés à des valeurs comparables et pour un usage donné (Le Duigou 2014). En effet si dans le cadre d'un renforcement de béton les fibres de lin se substituent aux fibres de verre, il faut considérer non seulement la quantité à utiliser afin de substituer un même effort, mais aussi la

durée de vie des fibres, si celles-ci doivent être remplacées plus régulièrement. Le but de cette méthode est d'arriver à déterminer de quelle façon les étapes de la vie du produit impactent l'environnement pour à la clé comparer l'impact de deux produits, et/ou arriver à améliorer la conception d'un produit sur un plan à la fois écologique et économique.

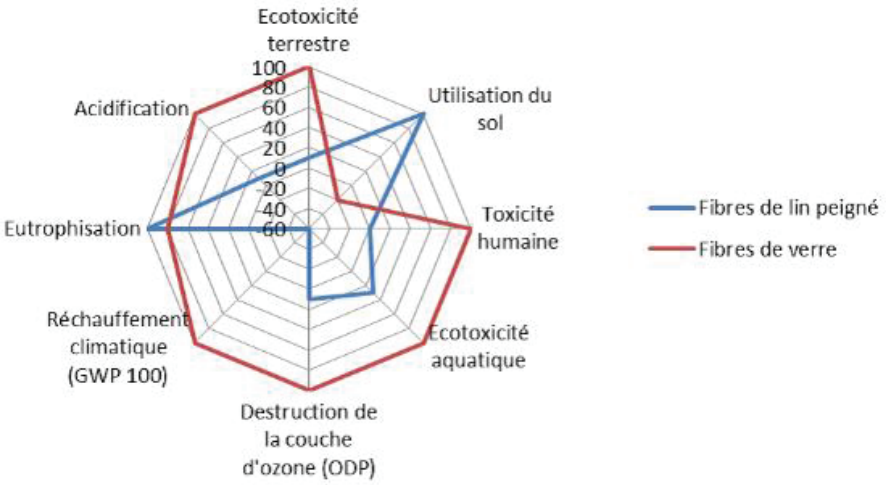


Figure 19 : Impacts environnementaux de la production de fibres de lin peigné comparés à la fibre de verre (CELC 2014).

L'évaluation quantitative du cycle de vie par Dissanayake et al. (2009) utilise les huit facteurs de classification de l'impact environnemental du réchauffement climatique, de l'acidification, de l'eutrophisation, la toxicité humaine et aquatique, la couche d'ozone, la création oxydants photochimiques et l'épuisement des ressources abiotiques. Il en découle que l'énergie intrinsèque pour la production d'un même composite avec des fibres de verre ou des fibres de lin est d'une ampleur similaire. Les fibres de lin peuvent avoir un impact écologique moindre à condition d'améliorer la productivité du lin et de ne pas avoir recours au filage, qui n'améliore par ailleurs en rien les propriétés du composite (Dissanayake 2009).

Plusieurs travaux d'analyse de cycles de vie comparés entre des biocomposites à fibres de verre et de lin ont été menés. Il en ressort que les fibres de lin sont compétitives mécaniquement pour remplacer les fibres de verre en tant que renforts des matériaux composites. Elles présentent des avantages environnementaux que traduit une réduction de l'ensemble des indicateurs choisis (Impact CO2, acidification des sols, déplétion des ressources abiotiques et oxydation photochimique). Il est de plus observable que le lin peigné conduit à un impact environnemental moindre que le lin tissé ; et que l'épandage d'engrais phosphaté est l'étape la plus polluante de la fabrication du lin (Le Duigou 2014).

- **Evolutions récentes dans le marché des fibres de lin**

Ces dernières années les composites renforcés par fibres de lin longues ont fait l'objet d'un intérêt accru par la communauté scientifique. Cette observation pourrait s'expliquer par la chute de prix du lin fibre en 2009 qui en ont fait soudainement un matériau de remplacement du verre très intéressant aussi bien écologiquement qu'économiquement.

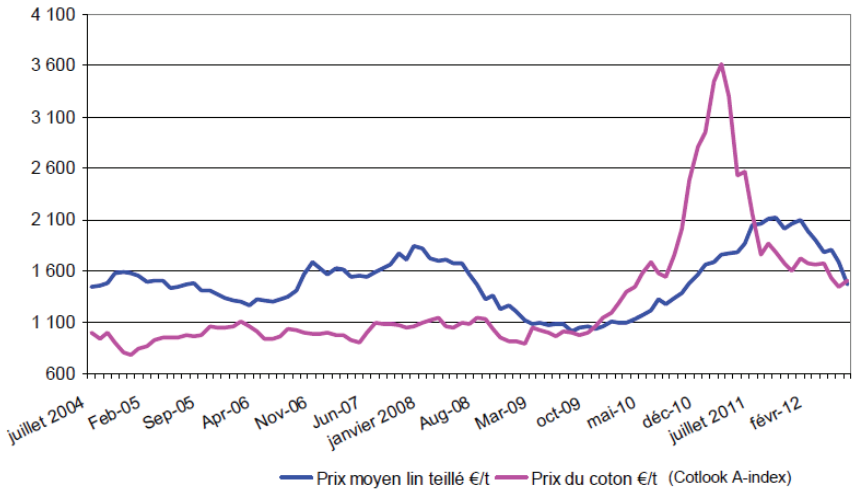


Figure 20 : Comparaison des prix du coton et du lin teillé entre 2004 et 2012, selon les sources de la Commission Européenne (FranceAgriMer 2013)

En effet, en 2006-2007 l'offre en fibre de lin dépasse la demande, conduisant à une augmentation des stocks et à une dégradation des prix jusqu'à 1 €/kg de fibres longues. En 2007-2008, la crise économique et la baisse des ventes de vêtements aggrave la situation alors que l'offre excède toujours la demande. En l'absence de régulation, les stocks s'accumulent et les producteurs diminuent les surfaces cultivées en lin. Les petites récoltes de lin de 2010 et 2011 coïncident avec une demande en hausse, ce qui laisse augmenter rapidement les prix des fibres de lin. En 2012, ces conditions de marché plus favorables induisent une augmentation des surfaces cultivées, qui restent depuis relativement constantes (Terre-net 2013). A l'issue du Comité directeur du C.I.P.A.LIN (l'interprofession de la filière lin réunissant les organisations AGPL, FESTAL, URSTL), en juin 2014 à Rouen, il a été fortement recommandé aux agriculteurs de ne pas augmenter les surfaces d'emblavement pour l'année 2015 afin de stabiliser une situation profitable (Revenue Agricole 2015).

En parallèle, les agriculteurs mènent une campagne de revalorisation de leur produit avec une prospection de nouveaux débouchés, qui permettrait des prix de vente des fibres supérieurs à ceux des fibres destinées l'industrie textile chinoise, et ainsi de valoriser et conserver le patrimoine du lin européen. Le domaine des composites représente aujourd'hui un marché des plus prometteurs. Cette démarche conduit à reconsidérer des éléments considérés acquis depuis des siècles comme les qualités « idéales » d'une fibre de lin, adaptées cette fois-ci pour le domaine des composites. Celles-ci doivent être repensées et conduisent à la fois de la mise en place de projets de recherche pour comprendre mieux les propriétés mécaniques des fibres de lin, de développer de nouveaux procédés adaptés au lin, et par la structuration de la filière du « lin technique », bien à part de la filière textile pour sécuriser l'approvisionnement des industries qui se convertiraient aux fibres de lin (AFP 2015).

Les premiers industriels à s'être convertis à la fibre de lin sont les fabricants d'articles de sport : des skis, des coques de bateau ou des raquettes. Suivirent le développement de produits plus communs comme des valises, des chaises, tout en restant dans un domaine haut de gamme, dans lequel l'aspect naturel des fibres de lin apporte une touche de design et de marketing « vert ».

2.2.3 Structure micro et macroscopique des fibres de lin

Il est nécessaire de s'intéresser à la structure microscopique des fibres de lin pour en comprendre les propriétés macroscopiques. Notons que le terme « fibre de lin » désigne à la fois la fibre cellulaire constituée de fibrilles de cellulose liées par des hémicelluloses et des pectines, et la fibre qui correspond à un faisceau de fibres unitaires (Baley 2012). Batra (1998) détermine une densité des fibres de lin de 1.38 g/cm^3 et une porosité interne de 10%, ce qui correspondrait à une densité vraie de 1.54 g/cm^3. Cette valeur correspond aussi aux estimations de Baley et al. (2002) qui propose une densité de 1.53 g/m^3 ± 1%.

- **Les différents constituants de la paroi végétale**

Entre les espèces, et même entre les fibres d'une même espèce, les parois des cellules de fibres diffèrent par leur composition et leur angle micro fibrillaire.

Tableau 12 : Composition des fibres de lin selon différents auteurs.

Cellulose (%)	Hémicelluloses (%)	Pectine (%)	Lignines (%)	Cires (%)	Eau (%)	Références
64.1	16.7	1.8	2.0	1.5	10.0	*Batra 1998*
67	11	-	2.0	-	-	*Lilholt 1999*
73.8	13.7		2.9		7.9	*Kahlil 2000*
65	-	-	2.5	-	-	*Troger 1998*
62-72	18					*Dittenger 2012*

Le constituant structurel le plus abondant des fibres de lin est la cellulose. La cellulose est un polysaccharide glucidique constitué d'une chaîne linéaire de 15 à 15000 molécules de D-glucose. Elle est le composant organique le plus rigide et le plus résistant de la fibre, et se présente sous la forme de chaînes semi cristallines. La présence des groupements hydroxyles des glucoses confèrent à la cellulose, et en conséquence à la fibre, un caractère hydrophile (Yan 2014). La cellulose résiste aux traitements d'hydrolyse et aux agents alcalins ou oxydants, mais peut être dégradée par d'autres traitements chimiques (Azwa 2013).

Les *hémicelluloses* sont des polysaccharides branchés, de plus faible poids moléculaires et entièrement amorphes. Elles sont liées aux fibres de cellulose par liaisons hydrogènes et forment une sorte de ciment entre les fibres. De par leur structure ouverte et contenant de nombreux groupes acétyles et hydroxyles, les hémicelluloses sont sensibles aux bases et acides, et sont solubles dans l'eau (Azwa 2013). Les *lignines* sont des polyphénols complexes rigides. Elles participent au transport de l'eau dans la plante et sont insolubles dans la plupart des solvants. Les lignines sont totalement amorphes et apportent de la rigidité à la plante. Les *pectines* regroupent différents hétéro-polysaccharides. Leur présence confère une flexibilité à la plante. Les cires et huiles végétales protègent la plante des agressions extérieures et doivent être éliminées pour améliorer l'interface fibre matrice (John 2008b).

- **Structure d'une tige de lin au niveau microscopique**

Comme pour la plupart des fibres de plantes ligno-cellulosiques, les fibres extraites du lin se trouvent assemblées en paquets dans la périphérie de la tige. La tige est composée d'une écorce

extérieure, recouvrant le phloème dans lequel se trouvent les fibres. Plus au centre se trouve le xylème laissant un vide au centre de la tige. Le phloème est constitué d'environ 30 de faisceaux, contenant chacun entre 10 et 40 fibres individuelles, de 10-80 mm de long et 10-30 µm de diamètres liées entre elles essentiellement par des pectines comme cela est illustré dans la Figure 22. Les fibres de lin ne sont pas tout à fait des fibres longues, mais plutôt des fibrilles agrégées ce qui conduit à des propriétés mécaniques en traction réduites par rapport à une fibre synthétique uniforme et unique. En revanche leur assemblage en paquets améliore la tenue en compression de la tige en limitant le risque de micro-flambage (Charlet 2007).

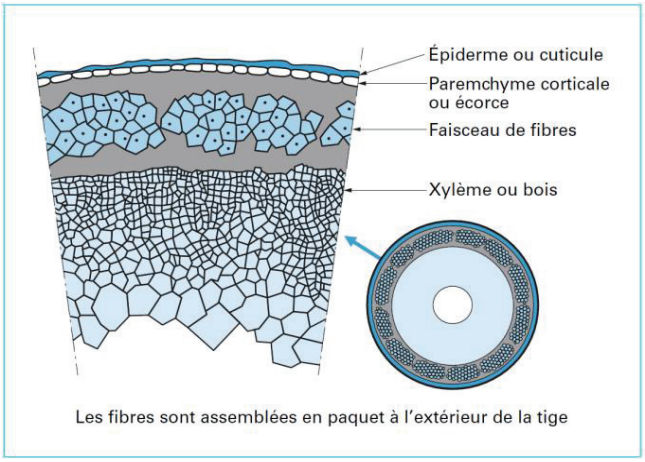


Figure 21 : Schéma explicatif de la composition d'une section d'une tige (Baley 2013).

A l'échelle microscopique, chaque fibre est composée de couches concentriques, qui diffèrent par leur composition chimique, leur structure et leur épaisseur. La fine couche extérieure, dite couche primaire, recouvre la couche secondaire plus épaisse, elle-même constituée de 3 couches : S1, S2 et S3. La couche S2 est la plus épaisse et riche en cellulose, et conditionne le comportement de l'ensemble de la fibre. Chaque couche est constituée de micro fibrilles de cellulose, alignées et orientées selon un angle de 10° environ, nommé angle micro-fibrillaire, liées par une matrice amorphe de pectines et hémicellulose (Baley 2013).

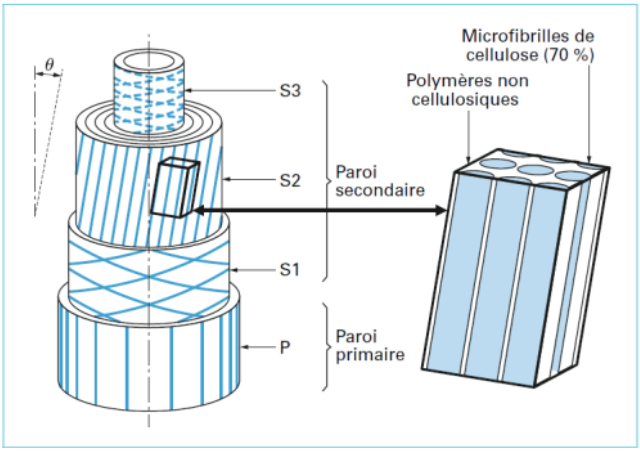


Figure 22 : Schéma explicatif de la composition d'une fibre de lin (Baley 2013).

La valeur des différents angles micro-fibrillaires conditionnent aussi la rigidité de la fibre. Plus cet angle est petit plus la fibre sera rigide et résistante (John 2008b). De plus les propriétés

mécaniques des fibres de lin varient selon leur position dans la fibre. Les fibres se trouvant dans la partie médiane de la tige présentent un taux de cellulose plus élevé et de meilleures propriétés mécaniques comparés aux fibres du haut ou du bas de la tige, ces dernières ayant une porosité élevée (Charlet 2007).

2.3 Propriétés mécaniques des composites polymères renforcés par fibres de lin

2.3.1 Propriétés mécaniques des fibres de lin

Les propriétés en traction des fibres de lin trouvées par les différentes équipes de recherche semblent être influencées lors des tests de traction par la longueur des jauges utilisées, la longueur des spécimens, la vitesse de chargement, par la variété des fibres testées et des conditions de stockage et de préparation des fibres. Yan et al. (2014) résume certains de ces paramètres en les classant par étape dans la vie de la fibre :

Tableau 13 : Récapitulatif des facteurs influençant les propriétés mécaniques des fibres de lin (Yan 2014)

Croissance	Variété de lin, type de culture, localisation géographique des cultures, emplacement de la fibre dans la plante, climat lors de la croissance (pluies, températures…)
Récolte	Maturité de la fibre (épaisseur des parois cellulaire, rugosité de la fibre, adhérence entre les fibres, taille et forme du lumen, porosité, angle micro-fibrillaire)
Extraction	Processus de décorticage, méthode de rouissage, conditions de séparation
Distribution	Conditions de transport, conditions de stockage, âge de la fibre
Conditions expérimentales	Vitesse de charge, taille des jauges de déformation, température d'essai, diamètre variable des fibres selon le point de mesure
Traitements de surface	Traitement chimique, traitement à l'eau, séchage de la fibre, …

Les différentes études s'accordent sur le fait que le comportement de contrainte-déformation des fibres de lin en traction ne suit pas une loi élastique linéaire (Charlet 2007,2009, Alix 2009, Pillin 2011, Baley 2012, Scida 2013). L'étude de Pillin et al. (2011) sur l'influence du rouissage et de l'espèce sur différents lins (Hivernal, Oliver, Hermès, Everest, Niagara et Alaska) cultivés dans une même région dans l'Est de la France souligne la variabilité des fibres de lin selon leurs origines. Leurs courbes de contraintes-déformations du lin sous traction présente tous une première partie non-linéaire (0% - 0.5%) et une seconde partie linéaire.

Alix et al. (2009) observent un comportement similaire quel que soit le traitement appliqué avec une première partie non-linéaire pour les faibles déformations suivie d'une partie linaire après ce qui pourrait être une réorganisation de la fibre (Figure 23). Leurs essais confirment la possibilité d'améliorer significativement les propriétés mécaniques des fibres de lin grâce à des traitements de silane.

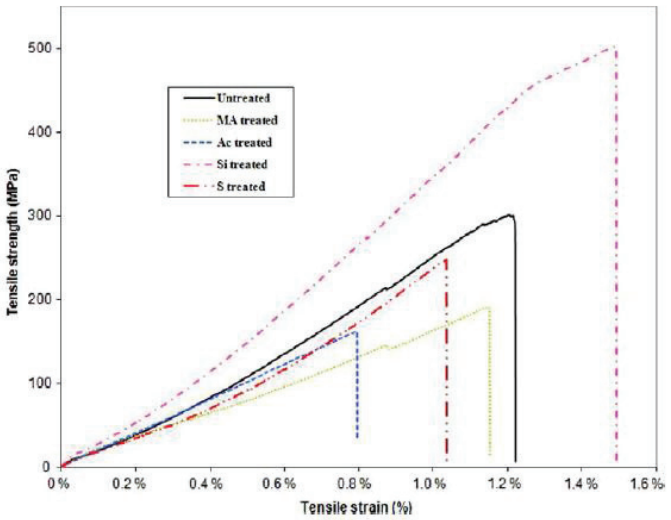


Figure 23 : Influence du traitement des fibres lin sur les courbes de contraintes-déformation en traction obtenues (Alix 2009).

Un modèle de courbe contrainte-déformation des fibres de lin avec une région non linéaire initiale qui rejoindrait ensuite une asymptote linéaire de pente plus faible est proposé par Baley et al. (2012) dans leur étude sur l'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques de la fibre de lin. Le séchage des fibres conduit à une perte notable des propriétés mécaniques en traction (Figure 24).

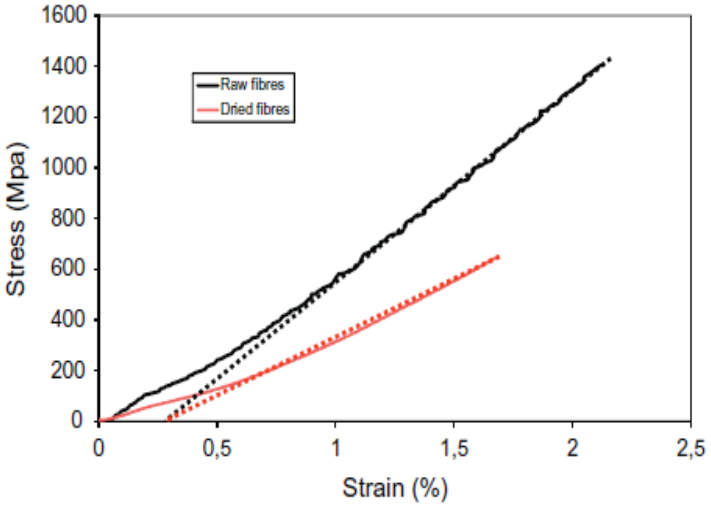


Figure 24 : Influence du séchage des fibres de lin sur les courbes de contraintes-déformation des fibres de lin en traction (Baley 2012).

De nouvelles méthodes ont été développées pour suivre les mécanismes de rupture des fibres de lin en traction comme l'utilisation de microscope électronique à balayage environnemental (ESEM) (Boros 1999 ,2002) ou de l'émission acoustique (AE) (Romhany 2003). L'utilisation de l'AE permet le suivi en direct de la rupture d'une fibre de lin par analyse de la réponse du matériau aux ondes qui lui sont appliquées. Romhany et al. (2003) distinguent trois étapes lors de la rupture de la fibre de Lin : (1) premièrement apparaît un clivage de la pectine entre les fibres élémentaires, (2) suivi de la fissuration transversale des fibres élémentaires, et finalement (3) il y a fracture multiple des fibres élémentaires et de leurs micro-fibrilles (Figure 25).

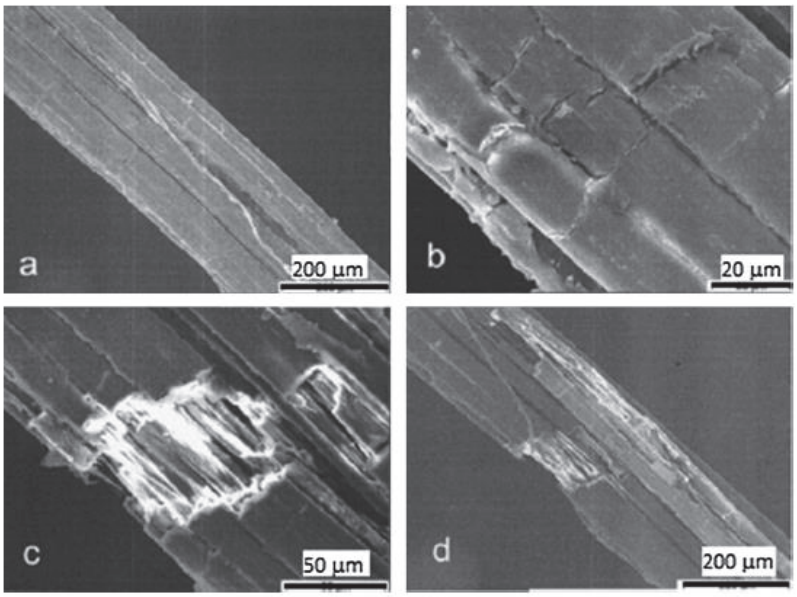


Figure 25 : Suivi de la rupture d'une fibre de lin en traction par AE : (a) Décollement longitudinal entre les fibres élémentaires (FE); (b) Fissuration des FE; (c) Rupture par ''déchirure'' dans et entre les FE; (d) Fracture complète après rupture des micro-fibrilles. (Romhany 2003)

Une analyse statistique basée sur le modèle de Weibull a été effectuée par Coroller et al. (2013) sur les résultats de résistance à la traction de fibres de lin de 3 espèces différentes et des fibres de verre. La fonction de distribution cumulative de Weibull peut être utilisée pour décrire le comportement de rupture à la traction de matériaux fragiles, dont la valeur pourrait être liée à la distribution des défauts de taille. Le modèle s'applique aux lins Hermès et Marylin mais nécessite deux types de distribution pour le lin Andrea, ce qui implique plus de défauts et correspond en effet à des propriétés mécaniques plus faibles (σ_{Andrea} = 841 MPa, $\sigma_{Hermes/Marylin} \approx$ 1100 MPa). Cette différence de propriétés pourrait être expliquée par le fait que les fibres Andrea ont été exposées à la grêle, ce qui pourrait induire un stress et des modifications structurelles au cours de la croissance de la plante.

Tableau 14 : Propriétés mécaniques des fibres de lin selon différents auteurs.

Espèce lin	Nb fibres testées	Diamètre (µm)	Module Young (GPa)	Contrainte traction (MPa)	Elongation à rupture (%)	Référence
Hivernal	57	12.9 ±3.3	71.7 ± 23.3	1111 ± 544	1.7 ± 0.6	*Pillin et al. (2011)*
Alaska	66	15.8 ±4.1	49.5 ± 3.2	733 ± 271	1.7 ± 0.6	
Everest	76	21.2 ±6.6	48.0 ± 20.3	863 ± 447	2.1 ± 0.8	
Hermès	37	19.6 ±6.7	68.2 ± 35.8	1454 ± 835	2.3 ± 0.6	*Charlet et al. (2009)*
Agatha	45	21.3 ±6.3	57 ± 29	865 ± 413	1.8 ± 0.7	
Hermès	23	84.0 ±20	30 ± 11	300 ± 100	1.1 ± 4.4	*Alix et al. (2009)*
Ariane	23	23.9 ±0.7	51.3 ± 12.0	1317 ± 529	3.3 ± 0.7	*Baley et al. (2012)*
Hermes	89	18.6 ±3.9	48.9 ±12.0	1066 ±342	2.8 ±0.8	*Coroller et al. (2013)*
Andrea	59	18.2 ±3.9	48.3 ±13.8	841 ±300	2.2 ±0.8	
Marylin	99	13.9 ±2.7	57.1 ±15.5	1135 ±495	2.1 ±0.6	

Bilan sur les propriétés des fibres de lin :

Il ressort des multiples études sur le comportement des fibres de lin que les propriétés mécaniques sont beaucoup plus variables que celles des fibres de verre, mais sont suffisantes pour de nombreuses applications de renforcement de polymères (Baley 2002). Il convient de contrôler précisément tous les paramètres de la croissance à la récolte et lors des essais afin de pouvoir prétendre à des valeurs représentatives et propres des propriétés des fibres de lin.Les études s'accordent sur le fait que la courbe de contrainte-déformation obtenue avec les fibres de lin peut être divisée en trois parties :

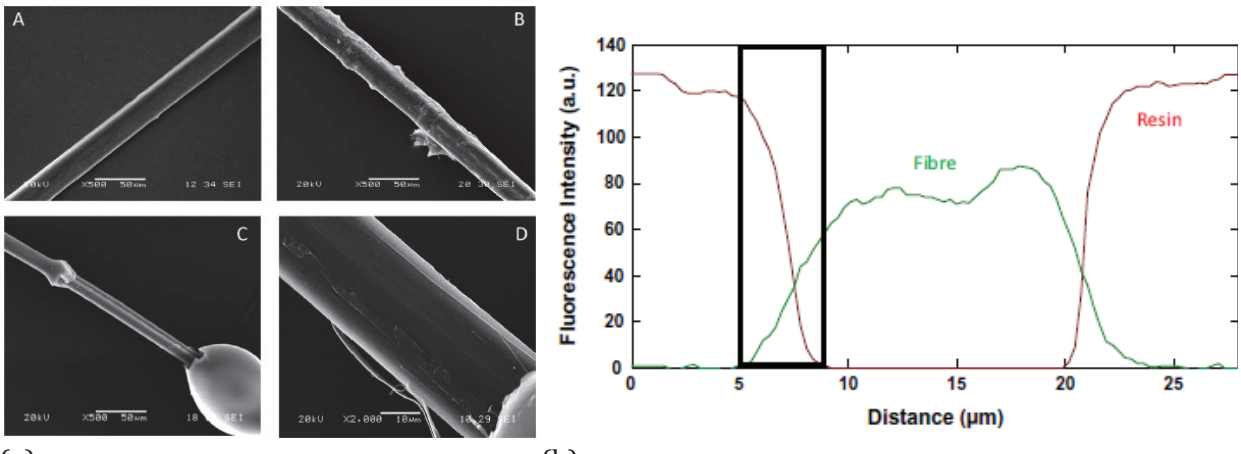
(1) une première partie linéaire 0% à ~0.3% de déformation associée à une déformation des parois cellulaires ;

(2) une deuxième partie non-linéaire de ~0.3% à ~1.5% de déformation correspondant à une déformation viscoplastique de la fibre par l'alignement des micro-fibrilles de cellulose le long de l'axe de traction et provoque en parallèle une modification des parties amorphes de la paroi (pectines et hémicelluloses) ;

(3) une partie linéaire jusqu'à rupture de la fibre qui correspondrait à la réponse élastique en traction des micro-fibrilles alignées.

2.3.2 Propriétés de l'interface entre les fibres de lin et la résine époxy

Le Duigou et al. (2014) ont évalué la surface réelle des fibres de lin impliquée dans l'adhésion avec la matrice époxy. Deux variétés de lin ont été analysées au niveau de l'adhésion du lin avec la matrice par des tests de micro-extraction d'une fibre de lin unitaire incluse dans le polymère (Figure 26 b). Même si le comportement au décollement paraît globalement similaire, les lins ont des forces de cisaillement interfaciale différentes avec respectivement ISS_{Hermes}= 22.5 MPa et $ISS_{Electra}$ = 13.2 MPa.



(a) (b)

Figure 26 : (a) Photos MEB de fibres de lin Hermès A et Electra B, et de fibres déchaussées sans pelage C et avec pelage D de la fibre. (b) Graphique des fluorescences par microscopie FTIR.

Les propriétés de friction contribuent au transfert de charge et à l'adhésion entre la matrice et la fibre. Cependant les fibres Electra à plus forte rugosité de surface ne présentent pas un cisaillement interfacial supérieur. Une analyse de la composition de la couche extérieure

imprégnée des fibres suggèrent que les fibres Electra contiennent plus de cires. Ainsi une surface rugueuse mais avec des résidus de surface avec une faible accroche, ne participe pas à la dissipation d'énergie et à un bon ancrage mécanique.

La pénétration de la résine au sein de la paroi cellulaire du lin a ensuite été estimée par Le Duigou et al. (2014) par microscopie laser micro focale et la composition des parois a été analysée par spectroscopie FTIR couplée avec une analyse PCA (Principal Component Analysis). Il apparaît clairement que la résine époxy pénètre à l'intérieur de la paroi cellulaire du lin à travers la paroi primaire S1 voire à l'intérieur de la paroi secondaire S2 (Figure 26 b). Par conséquent le décollement entre fibre et matrice se produit entre les parois cellulaires pénétrées et non pénétrées. La pénétration de la résine devrait donc avoir un rôle dans le processus de pelage de la paroi cellulaire.

Bilan sur l'adhésion entre les fibres de lin et la résine,

- Il y a pénétration de la fibre de lin par la résine
- La rugosité et la qualité chimique de la surface de la fibre de lin influe directement sur la qualité de l'adhésion

2.3.3 Réponse en traction statique des composites polymères époxy renforcés par fibres de lin

La plupart des études de comportement des composites polymères à renfort de fibres de lin utilisent des résines époxydiques requérant une consolidation thermique par thermo-compression (ThComp). Dans le cadre de cette étude, seuls les composites à fibres de lin longues sont considérés. Le Tableau 15 présente les propriétés en traction déterminés par différents auteurs.

Tableau 15 : Propriétés de composites Epoxy-Fibres de lin selon différents auteurs.

Fibres	Application	Taux fibres	σ traction (MPa)	E traction (GPa)	ε (%)	Référence
Lin UD	ThComp	32 %	132	15		*Oksman 2003*
Lin UD		40%	133	28		*Van de Weyenberg 2003*
Lin UD	ThComp	40 %	218	18		*Van de Weyenberg 2006*
Lin 2D	ThComp	42.5 v%	171	-	1.72	*Liang 2012*
Lin UD	ThComp	43.1 v%	318			*Liang 2014*
Lin UD	Pultrusion	50 %	325	24	-	*Baley 2013*
Lin UD	ThComp	60%	280 ±30	27 ±2.9	1.65	*Poilâne 2014*
Lin UD		60%	357 ±13	33 ±0.4	1.93	
Lin UD		46 %	235 ±16	23 ±1.4	1.51	
Lin Toile	moulage par injection	40%	138 ±20	13 ±0.5	-	*Bensadoun 2015*
Lin Sergé		40%	126 ±15	13 ±1.5		
Lin UD		40%	250 ±20	27 ±2.5		
Lin UD	injection sous vide	31.4%	282 ±14	18.5 ±0.5	2.4	*Ueki 2015*

- **Influence des fibres sur le comportement du composite**

Il apparaît des différentes études que le comportement en traction des composites n'est pas linéaire. En effet les fibres de lin longues ne se comportent pas seulement comme des charges de faible densité, mais participent activement aux propriétés mécaniques du composite final. Le comportement général du composite peut directement être relié aux propriétés des fibres de lin, avec une réorientation des micro-fibrilles. La partie initiale de la courbe est linéaire jusqu'à une déformation de 0.2% puis la pente diminue. A partir de 0.5% la courbe est linéaire jusqu'à rupture (Scida 2013). Une amélioration de l'alignement de même qu'une augmentation de la quantité des fibres de fibres augmentent directement les propriétés mécaniques en traction du composite (Liu 2007).

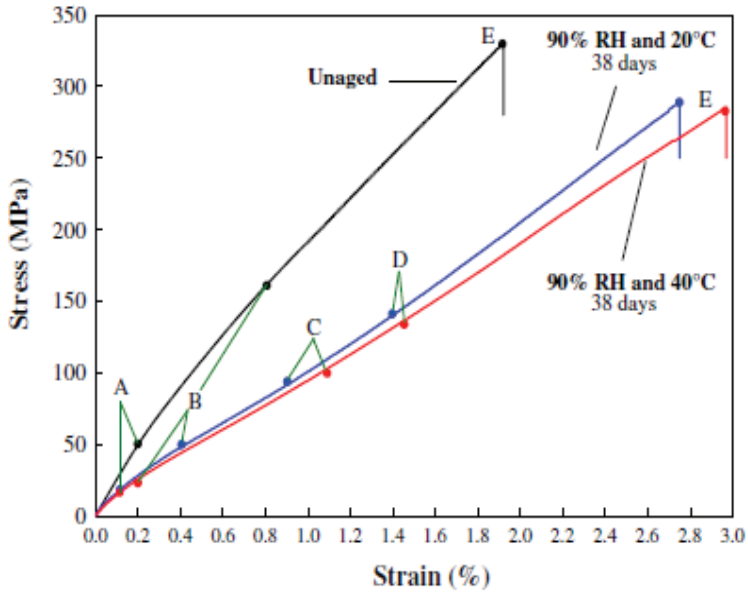
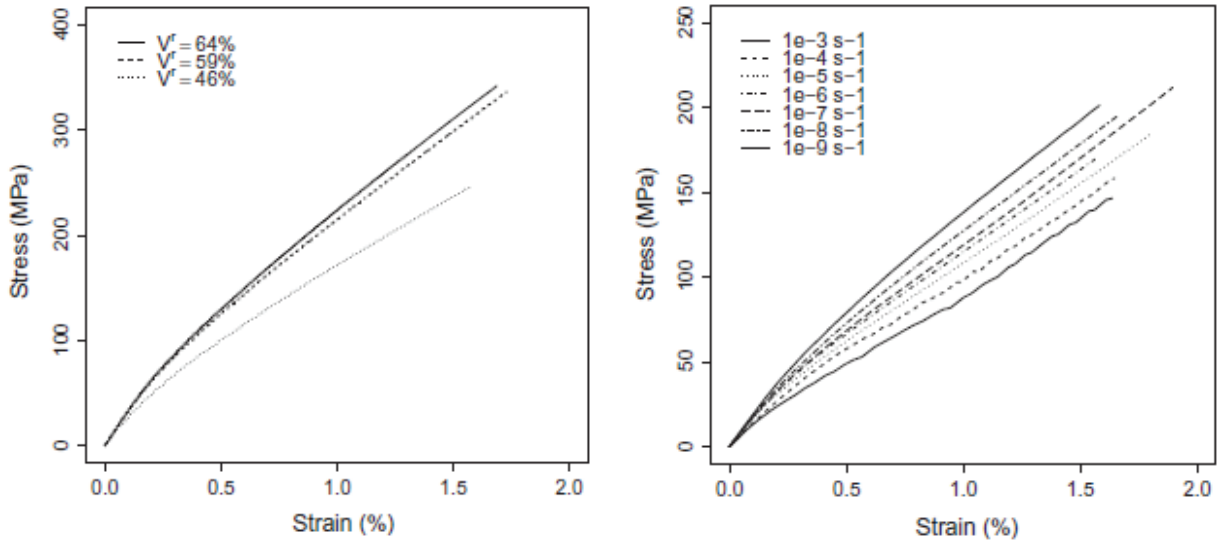


Figure 27 : Courbes contrainte-déformation des FFRE avant et après vieillissement hygrothermique (Scida 2013).

Poilâne et al. (2014) ont fait varier non seulement la composition mais aussi les conditions expérimentales en faisant varier la vitesse de chargement des tests de traction et la température des essais. Il en découle que le module ainsi que la contrainte augmente linéairement avec le taux volumique de fibre dans le composite (de 23 à 33 GPa pour le module et de 230 à 330 MPa pour la contrainte en passant de 45% à 65% de fibres). Il apparaît de plus qu'un faisceau plus fin facilite la pénétration de la résine dans le coeur du faisceau. D'autre part le tri sélectif du procédé de filage améliore les propriétés moyennes des fibres. Les propriétés mécaniques ne semblent pas être affectées par la variation de la température d'essai entre 50°C et 100°C. Au-delà les propriétés se dégradent suite à une dégradation du matériau (Poilâne 2014).



(a) (b)

Figure 28 : Evolution des courbes de traction moyenne en fonction (a) du taux volumique de fibre V_f du composite (vitesse de chargement de $10^{-6}s^{-1}$), (b) de la vitesse de chargement en traction. (Poilâne et al. 2014)

Baley et al. (2012) ont observé que les performances en traction des FFRE unidirectionnels fabriqués par thermocompression dépendent de l'hygrométrie des fibres de lin. L'allure de la courbe en traction du composite est la même que celle des fibres de lin seules, avec une région aux faibles déformations non-linéaire, avant de rejoindre une asymptote linéaire (Figure 29). Un séchage des fibres avant fabrication du composite n'affecte pas le module alors que la contrainte et la déformation à la rupture sont réduits de 36% ($\sigma_{\text{non séchées}}$=328±18 MPa; $\sigma_{\text{séchées}}$=210± 25 MPa).Ces résultats confirment ceux mesurés sur fibres seules qui montrent une perte de contrainte de 44%. Cependant, la résistance à la traction d'un composite renforcé par des fibres unidirectionnelles discontinues est complexe et n'est pas directement proportionnelle à la résistance des fibres, étant donné que les dommages cumulatifs doivent être pris en compte (Baley 2012).

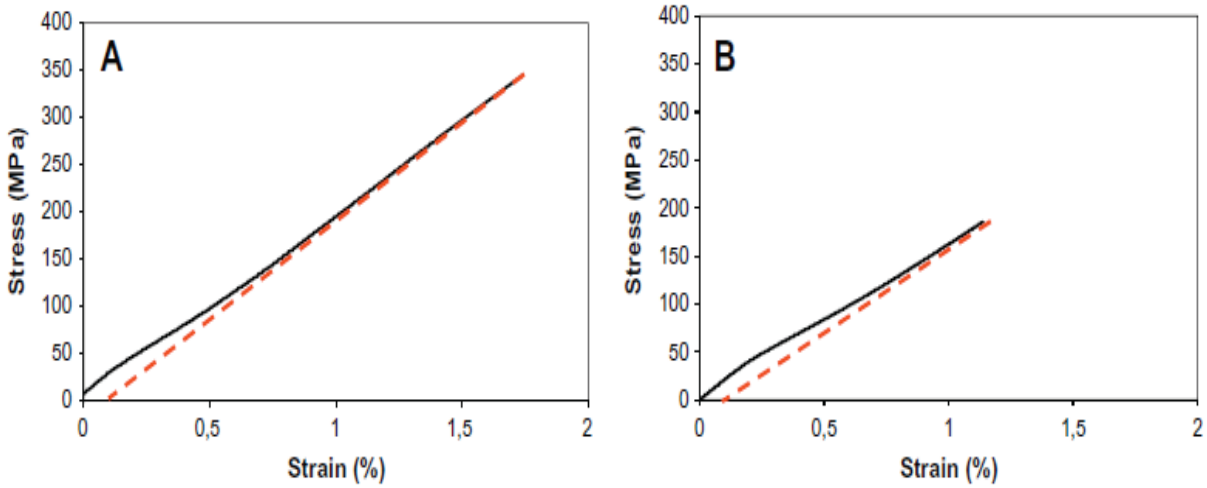


Figure 29 : Courbes de contrainte-déformation pour les composites UD FFRE (V_f=40%) avec A des fibres non séchées et B des fibres ayant été préalablement séchées (Baley 2012).

Coroller et al. (2013) ont étudié l'influence de l'individualisation des fibres de verre et de lin de différentes variétés sur les propriétés mécaniques de composite époxy unidirectionnels fabriqués par thermocompression avec un taux de fibres de 70%. Les composites renforcés par fibres de verre ont une évolution quasi-linéaire tandis que les composites renforcés par fibres de lin présentent deux parties distinctes, comme décrit par Baley et al . (2012). Il apparait que les composites avec une meilleure dispersion des fibres au sein du polymère présentent des propriétés mécaniques plus élevées à rupture (σ_{Hermes}=1066MPa; σ_{Andrea}=841MPa). Une meilleure individualisation des fibres conduit à une meilleure répartition des efforts (Coroller 2013).

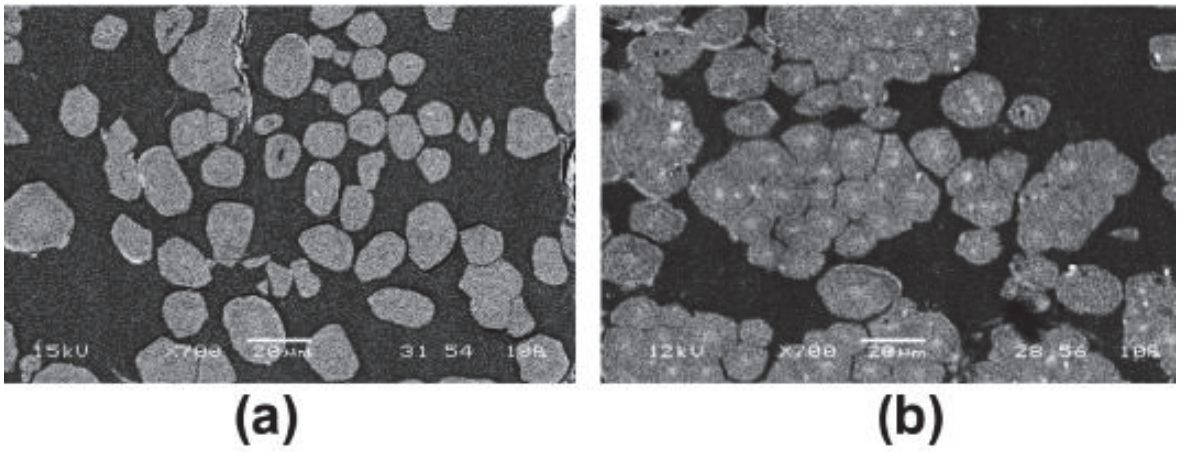


Figure 30 : Images MEB en coupe des composites a. Hermès, b. Andrea (Coroller 2013).

- **Détermination du module du composite**

Les différentes études s'accordent donc dans leurs observations des FFRE en traction à l'existence d'un changement de pente après une partie linéaire aux faibles déformations inférieures à ~0.2% qui serait directement liée au comportement en traction des fibres de lin avec la réorientation des micro-fibrilles. Le module de déformation des composites FRP est usuellement calculé pour des déformations de 0.05-0.25% (ISO 527-1). Cette méthode ne peut plus être appliquée dans le cas des composites à renfort de fibres de lin.

Baley et al. (2012) proposent de mesurer le module du composite comme étant la pente de la droite asymptote en fin de courbe (Figure 29). Bensadoun et al. (2013) ont comparé les propriétés de composites époxy avec du lin sous forme de nattes et de tissus UD/2D de différents grammages fabriqués par moulage par injection (RTM). Après observation de l'évolution du module avec la déformation du matériau, leur proposition pour adapter la description matériau est de calculer la rigidité à la traction en deux modules distincts, E_1 entre 0 et 0.1% de déformations et E_2 entre 0.3 et 0.5% de déformations (Figure 31). Les résultats confirment de plus que les composites avec renfort UD ou quasi-UD présentent les propriétés en traction les plus élevées en module comme en contrainte.

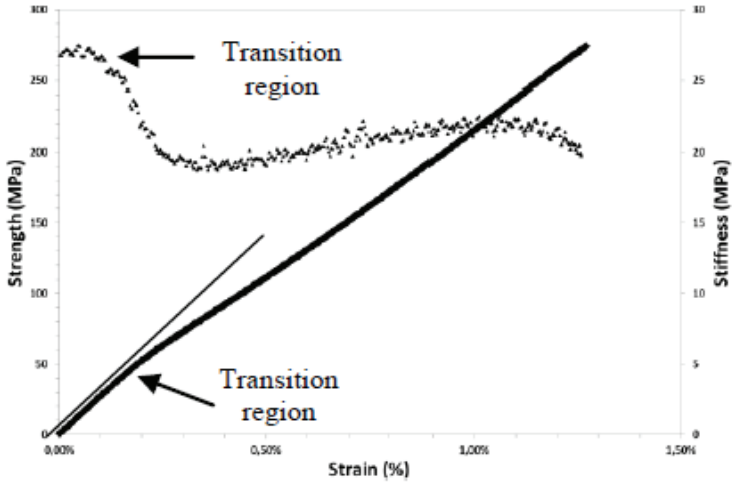


Figure 31 : Position du point de courbure d'un test de traction sur FFRE (Bensadoun 2015).

Bilan sur la réponse en traction statique des composite époxy à fibres de lin :

- Le comportement en traction des FFRE unidirectionnels a la même allure que celle des fibres de lin seules avec une partie initiale linéaire, suivi d'une diminution de la pente avant de rejoindre une asymptote linéaire jusqu'à rupture.
- Les propriétés mécaniques du composite augmentent avec le taux de fibres de lin.
- Le séchage des fibres avant processus diminue les propriétés du composite.
- Une bonne individualisation des fibres dans la matrice améliore les propriétés mécaniques
- Les propriétés du composite se dégradent au-delà de 100°C par dégradation de la fibre.

2.3.4 Réponse en traction dynamique des composites époxy renforcés par fibres de lin

Dans un deuxième temps, il convient de se pencher sur le comportement dynamique des matériaux FFRE. En effet les polymères tout comme les fibres naturelles sont des matériaux complexes dont les modules d'élasticité et les facteurs de perte varient fortement avec la température et la fréquence. La compréhension des propriétés mécaniques par tests de fluage permettrait de prévoir plus facilement l'évolution à long terme et la durabilité de ces matériaux et faciliterait ainsi leur utilisation.

- **Comportement en traction dynamique des fibres de lin**

Baley (2002) rapporte une augmentation de 60 à 80% du module de fibres de lin lors de chargements axiaux. Cette augmentation proviendrait du réalignement des micro-fibrilles et d'un changement de cristallinité de la cellulose. L'effet de raidissement est moins marqué pour un composite à fibres de lin car la réorientation des fibres par l'inclusion dans la matrice.

- **Comportement en fatigue des composites époxy à renfort de fibres de lin**

Liang et al. (2012) ont soumis des composites lin/époxy et verre/époxy à des essais de fatigue. Les composites à fibres de verre et lin sont fabriqués par thermo-compression et présentent un volume de fibre similaire de ~43% avec un empilement à [0/90] ou [±45]. Les composites sont testés en traction par fatigue cyclique à 5 Hz. La Figure 32 b présente la contrainte à rupture spécifique en fonction du nombre de cycles avant rupture pour différents niveaux de probabilité de survie 50% et 98% des spécimens [0/90]. La pente plus raide de composite verre/époxy implique une diminution plus importante du niveau de contrainte en fatigue. Il apparaît que pour les échantillons [0/90], les lin/époxy ont une endurance plus faible que les verre/époxy. Par contre pour la configuration [±45] les échantillons lin/époxy montrent une meilleure endurance que les verre/époxy.

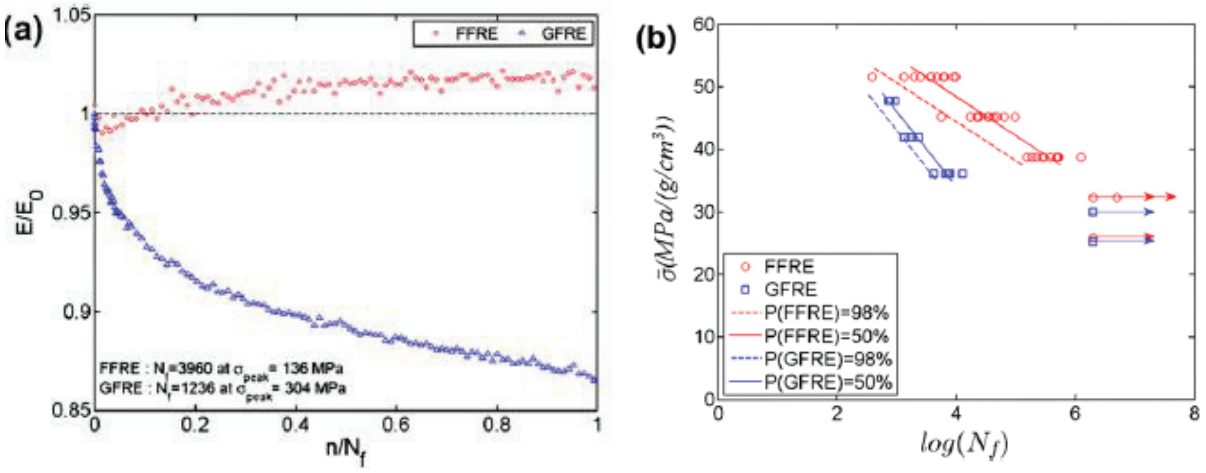
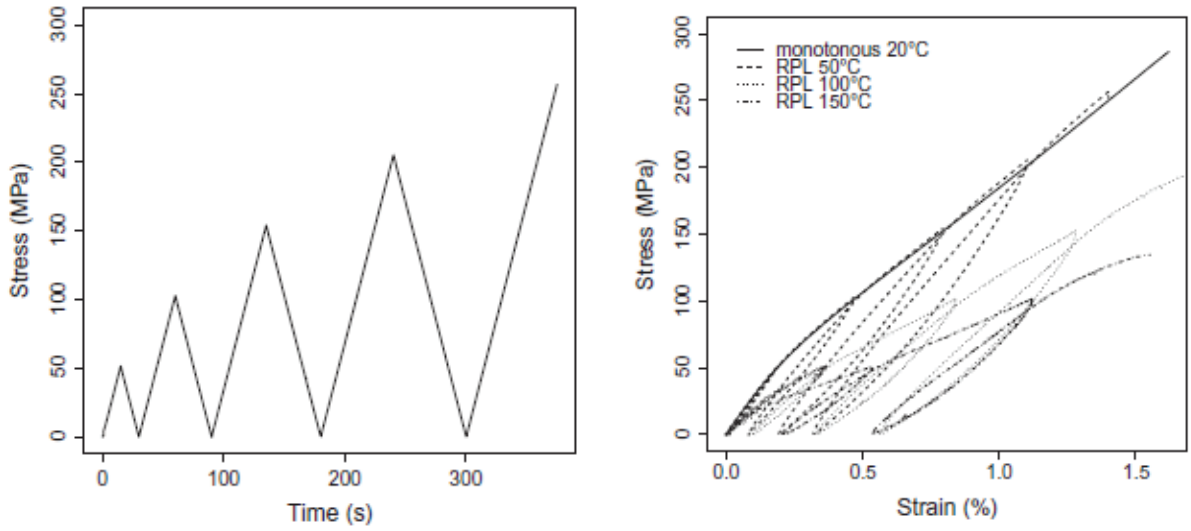


Figure 32 : (a) Evolution du ratio de module des composites [0/90] à UTS 0,8. (b) Evolution de la contrainte à rupture spécifique en fonction du nombre de cycles avant rupture pour différents niveaux de probabilité de survie 50% et 98% des spécimens [±45] (Liang2012).

De plus l'évolution du module dynamique donne des informations sur l'évolution des endommagements au sein de la matière. Ce module est calculé comme la pente reliant les points de contrainte minimale et maximale des boucles d'hystérésis. **Globalement une dégradation de la rigidité est observée** dans tous les cas sauf pour le lin/époxy [0/90], qui présente un phénomène de rigidification de 2-3%, qui pourrait être lié à l'alignement des micro-fibrilles du lin (Figure 32 a).

Poilâne et al. (2014) se sont intéressés plus directement à la nature du point de courbure en développant un modèle visco-élastoplastique afin d'expliquer le comportement mécanique du composite lin-époxy. Des tests de chargement progressif, de fluage et de relaxations répétitives à différentes températures ont permis d'identifier et de valider le modèle. La Figure 33 montre les résultats de l'essai de traction en chargement progressif répétitif à différentes températures (50-100-150 °C) ainsi que la courbe de traction monotone à température ambiante. Les boucles d'hystérésis observée signifient que **le matériau dissipe de l'énergie lors des chargements-déchargements successifs** et soulignent la **déformation irréversible du matériau**. L'évolution du module traduit le durcissement du matériau au cours des essais par un phénomène de plastification. **Le matériau est décrit par un modèle viscoélastique dans la**

première région avant le point de courbure et un modèle visco-élastoplastique dans la deuxième région.

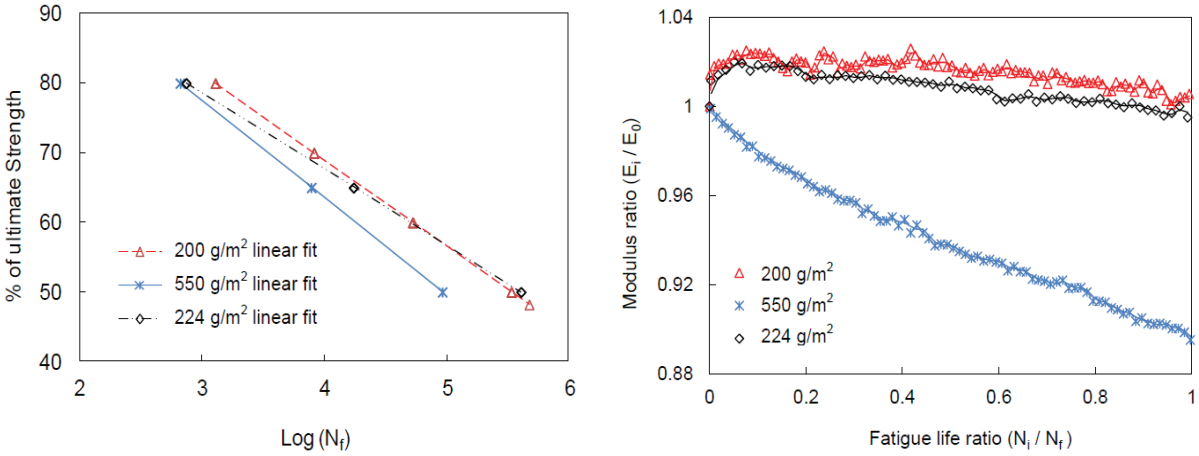


(a) (b)

Figure 33 : (a) Instruction du test de chargement cyclique progressif (RPL), (b) Réponse de composite UD380 au cyclage RPL à différentes températures. (Poilâne 2014)

Bensadoun et al. (2015) se sont concentrés sur la caractérisation des propriétés résiduelles de matériaux composites lin-époxy avec du lin sous forme de nattes et de tissus UD/2D de différents grammages fabriqués par RTM, soumis à une charge de fatigue. Une force de 30% de la contrainte à rupture est appliquée avec un rapport de charge R=0.1. Le cyclage couvre donc d'une contrainte minimum dans la région élastique linéaire jusqu'à une contrainte maximale dans la région visco-élastoplastique au-delà du point de flexion. La déformation résiduelle augmente avec le nombre de cycles. La déformation et la création d'endommagements dans le composite dissipent une certaine quantité d'énergie pendant la phase de chargement, qui n'est que partiellement restituée lors du déchargement, ce qui conduit à une accumulation des déformations dans le composite. Après un ½ millions de cycles les éprouvettes sont testées en traction statique. Les différents échantillons post-fatigue présentent des propriétés similaires aux échantillons initiaux. **L'hypothèse est faite que les endommagements crées lors du chargement cyclique retardent l'apparition de nouveaux endommagements lors des essais de traction post-fatigue.**

Ueki et al. (2015) se sont penchés sur la réponse en fatigue d'un composite époxy renforcé par du lin unidirectionnel non tissé fabriqué par infusion sous vide. Les tests de fatigue sont menés à un ratio R=0.1 et à différents UTS. Le suivi de la rigidification du matériau en fonction de la déformation résiduelle permet de trouver une corrélation quasi-linéaire pour des déformations ~0.3%, ce qui pourrait indiquer que **l'effet de durcissement serait induit par l'accumulation des contraintes résiduelles**, comme l'effet d'écrouissage, phénomène connu surtout pour les métaux. De plus l'effet de durcissement semble être plus important dans les basses fréquences, ce qui induit qu'il serait déterminé principalement par la durée de chargement et non pas par le nombre de chargements.



(a) (b)

Figure 34 : Evolution de % UTS avec le nombre de cycles avant rupture pour composites lin/époxy, (b) Evolution du ratio de module avec le nombre du ratio de cycles avant rupture (Lessard 2015)

Lessard et al. (2015) ont examiné l'effet de la fatigue sur trois composites lin et deux composites hybrides lin-verre/époxy fabriqués par pré-imprégnation. Les tests de fatigues ont été menés avec un rapport de charge de R=0.1, un UTS de 0.5-0.8 et des fréquences de 1-5Hz jusqu'à rupture des matériaux. Les **composites lin/époxy montrent un meilleur comportement en fatigue avec les faibles grammages de tissu** (200g/m^2 vs 500 g/m^2) en dépit d'un taux de porosité plus élevé, d'un taux de fibres inférieur, et de propriétés en traction statique similaires (Figure 34). De plus les composites lin/époxy avec des grammages faibles subissent une augmentation de la rigidité au cours des cycles de fatigue, ce qui n'est pas le cas du composite 500 g/m^2. Les essais avec **les composites hybrides confirment que ceux-ci conservent les propriétés des rigidifications des fibres de lin et que les meilleures propriétés en fatigue sont obtenues avec les fils les moins ondulés.** Pour les grammages faibles aucune fissuration ou endommagement dues à l'essai ne sont détectables par microscopie optique avant et après chargement des composites à UTS 80%. Au contraire pour le plus haut grammage les fissures se sont propagées dans les zones de résine et des délaminations des fibres sont visibles proche de la zone de rupture.

Bilan sur la réponse en traction dynamique des composite époxy à fibres de lin :

- Les composites peuvent être décrits par un modèle viscoélastique dans la 1ière région avant le point de courbure et un modèle visco-élastoplastique dans la 2ième région.
- Les fibres de lin présentent une meilleure endurance à la fatigue que les fibres de verre ;
- Les composites lin subissent une rigidification au cours des cycles de chargement ;
- Le durcissement pourrait être dû à la réorientation des micro-fibrilles de lin, ainsi qu'à un effet d'écrouissage ;
- Le phénomène de rigidification est conservé avec les composites époxy hybrides lin/verre.
- Une meilleure imprégnation des faisceaux de fibres, induit aussi de meilleures propriétés en fatigue (moins de défauts initiaux) ;
- Hypothèse explication du peu de perte de propriétés résiduelles:
  les endommagements crées lors du chargement cyclique pourraient retarder l'apparition de nouveaux endommagements lors des essais de traction post-fatigue.

2.4 Bilan sur les composites à fibres de lin

De nombreuses études ont été dédiées à la détermination des propriétés des fibres de lin et des composites à renfort de fibres de lin. Les fibres de lin présentent des propriétés mécaniques spécifiques comparables aux fibres de verre. Leur bilan environnemental très avantageux, leur nature renouvelable et leur disponibilité locale en font une fibre de renfort très intéressante pour l'industrie des composites. L'origine naturelle des fibres de lin et leur structure complexe conduisent à une grande variabilité des propriétés d'une plante à l'autre et même au sein d'une même tige. La qualité des propriétés mécaniques dépend aussi fortement de la bonne imprégnation et du bon alignement des fibres.

Il apparait que le réponse en traction des fibres de lin et par suite des composites renforcés de fibres de lin suivent un comportement complexe : (1) une partie initiale linéaire à 0-0.2% de déformation est associée à une déformation de chaque paroi cellulaire ; (2) le pente de la courbe diminue dans une deuxième partie non-linéaire de 0.3% à 1.5% de déformation correspondant à une déformation viscoplastique de la fibre par l'alignement des micro-fibrilles de cellulose le long de l'axe de traction et provoque en parallèle une modification des parties amorphes de la paroi (pectines et hémicelluloses) ; (3) une partie linéaire jusqu'à rupture de la fibre qui correspondrait à la réponse élastique en traction des micro-fibrilles alignées. Ce réalignement fibrillaire conduit à des propriétés d'endurance de fatigue mécanique particulièrement bonne des composites à fibres de lin et à une forte dissipation d'énergie lors des essais de fluage.

3. Conclusion de l'étude bibliographique

Cette revue bibliographique a débuté par une **présentation du contexte général du renforcement de structures en béton par collage de composites.** Les matériaux composites utilisés pour le renforcement en génie civil sont majoritairement composés d'une matrice époxy, avec des fibres de renfort carbone, verre et en moindre mesure aramide ou basalte. Selon les structures à renforcer les composites peuvent être mis en place par une stratification au contact ou par collage de lamelle préfabriquées. Différentes guides nationaux proposent des directives pour la conception et le dimensionnement des composites de renfort. Il apparait que les propriétés mécaniques mais aussi la durabilité des systèmes de renforcements dépend directement des propriétés mécaniques des constituants et des interfaces fibres/matrice et composite/béton. Ainsi afin de garantir la sécurité de la structure globale de l'élément de renforcement, il est important que les systèmes composites utilisés soient bien conçus et exécutés.

Dans un **second chapitre les propriétés des fibres de lin comme renfort de composite** ont été considérées. Leur bilan environnemental très avantageux, leur nature renouvelable et leur disponibilité locale en font une fibre de renfort très intéressante pour l'industrie des composites. L'origine naturelle des fibres de lin conduit toutefois à une grande variabilité des propriétés. Les considérations générales sur les matériaux composites à renforts de fibres de longues sont bien les mêmes : les propriétés mécaniques des composites dépendent du taux volumique et de la qualité de l'imprégnation des fibres, des défauts de porosité ou d'alignement, et bien sûr des propriétés des fibres de renfort. Les fibres de lin se distinguent néanmoins des fibres de renfort synthétiques par une structure interne complexe qui se traduit par un comportement en traction non linéaire des composites à renfort de lin. De nombreuses études ont été menées pour caractériser les propriétés de composites renforcés par fibres de lin toutefois aucune ne semble concerner une mise en œuvre par stratification au contact.

Les **résultats de la revue bibliographique** soulignent l'importance du choix des matériaux constitutifs et de la qualité des interfaces mises en jeux. Lors du développement du nouveau composite de renfort une attention particulière devra donc être donnée à la bonne imprégnation des fibres et à la transmission des efforts du support au composite. L'évaluation des performances doit prendre compte la non-linéarité et la variabilité des propriétés des fibres de lin.

Partie 2 :
Développement de composites de renfort à fibres de lin

1. Conception d'un matériau composite stratifié au contact à renfort fibres de lin longues

1.1 Introduction

Cette étude a pour but de tester la faisabilité technique de l'utilisation du lin comme matériau de renfort par collage extérieur de structures en béton. Cette première partie présente les étapes de conception du matériau, caractérisation des propriétés du matériau et de son adhérence sur le support béton.

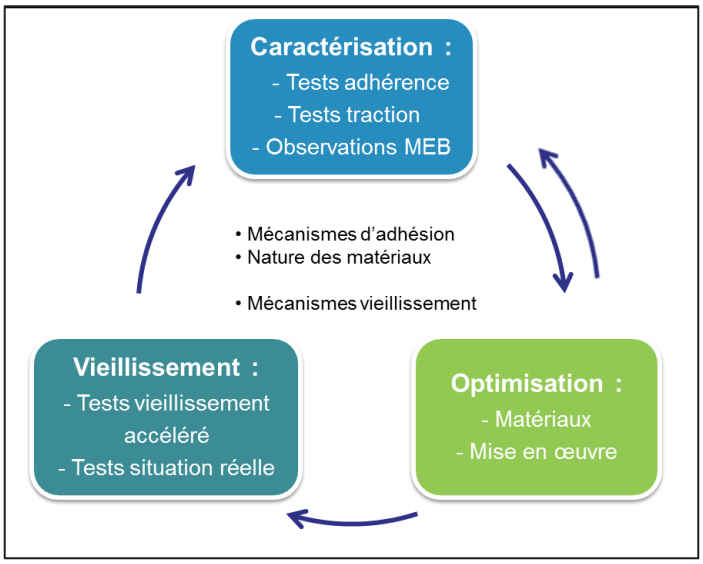


Figure 35 : Démarche de la conception du composite à fibres de lin stratifié au contact.

Dans un premier temps la conception du nouveau matériau nécessite une étape de choix de la mise en œuvre et des matériaux constitutifs. Les deux méthodes de renforcement par stratification au contact et par collage de lamelles rigides sont considérées. Les choix des résines sont validés par des tests mécaniques en traction et des observations de la structure interne par microscopie électronique à balayage.

Une fois une configuration satisfaisante définie, les propriétés du composite ont été déterminées par des tests de traction longitudinale avec différents tissus de renfort en lin, et en variant le nombre de plis. Le but de cette campagne d'essai est de déterminer les propriétés moyennes, caractéristiques et limites d'un composite stratifié au contact avec des fibres de lin. Un composite à fibres de verre est réalisé en parallèle afin de comparer les résultats obtenus avec les deux natures de fibres. Une loi de comportement est déterminée pour les valeurs moyennes à partir de la loi des mélanges.

Dans une troisième étape, les propriétés de l'adhérence entre le composite à fibre de lin et le support béton ont été déterminées par des tests de cisaillement à double recouvrement avec différents tissus de lin. Des essais d'adhérence sont aussi réalisés avec un composite à fibres de verre pour comparaison. Une loi de comportement de l'interface est déterminée pour les

composites stratifiés au contact avec des fibres de faibles modules. Différents modèles prédictifs de la force de cisaillement à rupture sont finalement testés afin de vérifier leur pertinence dans le cas de composites à fibres de lin.

Comme cela a été introduit dans la partie bibliographique, il existe plusieurs techniques de mise en œuvre des matériaux de renfort : soit par stratification au contact directement sur la structure à renforcer, soit par fabrication en usines de lamelles rigides qui sont ensuite collées sur la structure. Les deux techniques présentent des avantages techniques et sont donc toute deux envisagées.

Les lamelles rigides sont généralement fabriquées par pultrusion avec des fibres de carbone et une matrice époxy. Les fibres de lin de par leur nature non continue ne se prêtent pas au procédé de pultrusion. Les lamelles rigides renforcées par fibres de lin ont en conséquence été réalisées par thermocompression. Ce procédé nécessite du matériel non disponible au sein du laboratoire. Le matériau thermo-compressé a donc été fabriqué par l'entreprise FIBROLINE à l'Institut Textile de France, membre du projet FIABILIN.

Pour des questions d'autonomie et de flexibilité de réalisation, notre étude s'est plus spécifiquement concentrée sur le composite stratifié au contact réalisé au sein du laboratoire LMC^2. Le développement du matériau ne suit pas une démarche linéaire. Dans un premier temps les fibres de lin ont été substituées aux fibres synthétiques usuellement dans les procédés de stratification au contact présents sur le marché. Les résultats des essais de caractérisation ont conduit à modifier le choix des constituants jusqu'à obtenir un matériau présentant une bonne imprégnation des fibres, une rupture cohésive et une bonne adhérence au support béton.

1.2 Choix et caractéristiques des matériaux

La première étape de notre travail consiste à développer un matériau composite à renfort de fibres de lin stratifié au contact qui puisse servir pour le renforcement extérieur de structures en béton.

1.2.1 Caractéristiques des fibres de renfort

Le lin et les tissus de lin utilisés dans cette étude ont été cultivés et produits en France selon les normes ISO et NF T 25-501 XP de qualité et de traçabilité spécifiques aux fibres de lin techniques. Le lin utilisé dans ce travail est fourni par le Groupe Dehondt®, partenaire du projet FIABILIN. Nattex® est une matière première en fibres naturelles de lin, issue de FLAX TECHNIC®, pour le renfort des matériaux composites et des plastiques. Les fibres de lin se présentent sous forme de fibres techniques continues, mis en œuvre par un procédé breveté du Groupe Dehondt®, spécifique à un usage technique et non textile, pour préserver la qualité et la résistance des fibres.

Les fibres de lin ont subi les quatre étapes habituelles de préparation du lin textile: arrachage, rouissage, teillage et peignage en rubans. Les fibres n'ont pas été filées, ni torsadées avant tissage pour faciliter l'imprégnation de la résine lors du moulage des pièces et garder le

maximum de tenue mécanique intrinsèque à la fibre. Nattex ® est le produit de plusieurs années de sélection de variétés, d'optimisation des procédés de fabrication et de contrôle de qualité afin d'améliorer les propriétés des composites utilisant ces fibres de lin comme renfort et homogénéiser leurs propriétés au cours du temps. La qualité du ruban final est standardisée par mélange de différentes années de production et de variétés de lin.

a) Ouverture des balles de lin.

b) Etoupes après peignage.

c) Préparation des étoupes avant homogénéisation.

d) Balles de faisceaux de lin homogénéisés.

Figure 36 : Etapes de préparation des fibres de lin après récolte (photos prises lors d'une visite des installations de Terre de Lin 2015)

Les fibres sont ensuite tissées en différents tissus : (1) unidirectionnels, entrelacées avec un fil de lin afin de garantir un maintien du tissu, et (2) bidirectionnels Sergé 3/3, offrant des propriétés équilibrées dans les deux directions 0/90°. Deux différentes épaisseurs de faisceaux de fibres, 1300 tex et 2900 tex, permettent d'obtenir deux grammages pour chaque type de tissage.

Tableau 16 : Propriétés des différents tissus utilisés.

Tissu	m^s (g/m2)	Tex	Tissage	Conditionnement
Lin UD220	220	1300	Unidirectionnel	Rouleaux 11 cm large x 50 m long
Lin UD400	400	2900		Rouleaux 1 m large x 50 m long
Lin S350	350	1300	Sergé 3/3	Rouleaux 1 m large x 50 m long
Lin S600	600	2900		Rouleaux 1 m large x 50 m long
Verre 2D 300	300	-	Bidirectionnel	Carré de 1 m x 1m (plié dans emballage).

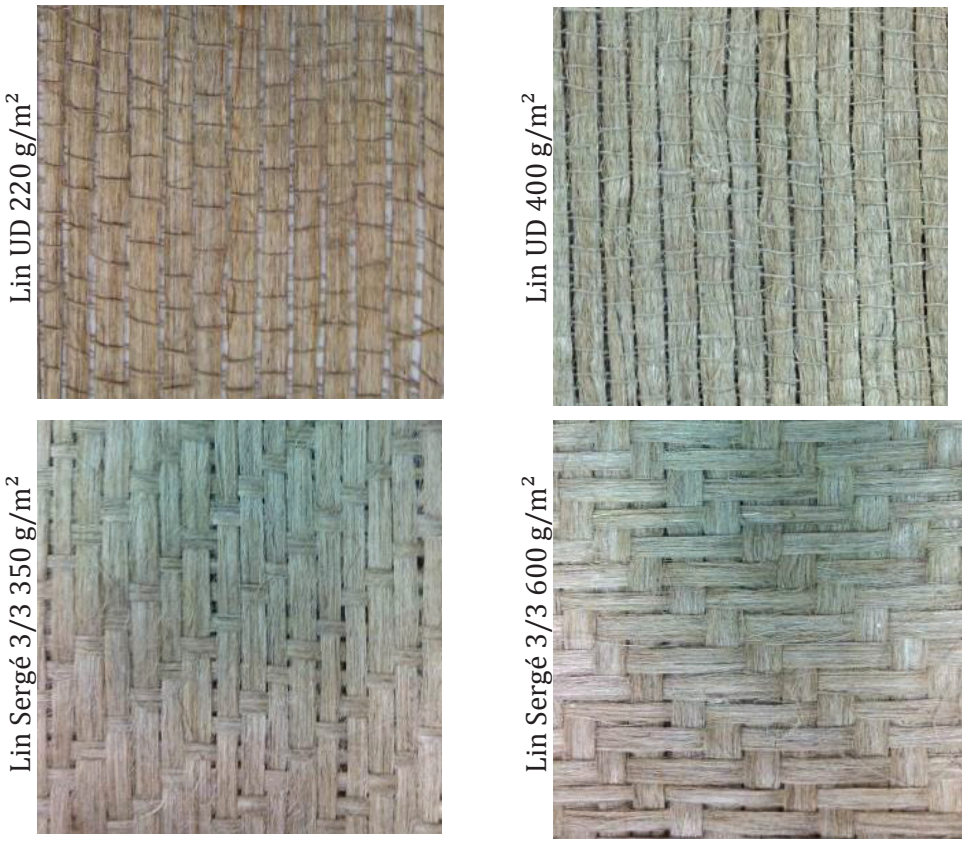


Figure 37 : Apparence des tissus de lin utilisés dans cette étude.

Selon les informations fabricants, les propriétés mécaniques des tissus issus des fibres Nattex® varient légèrement par rapport aux propriétés des fibres en faisceau avant tissage.

Tableau 17 : Propriétés du semi-produit en fibre de lin techniques continues, données fabricant (Nattex ®)

	Propriétés mécaniques (XP T 25 501-2) avant tissage	Propriétés mécaniques (ISO 527) après tissage
Contrainte à rupture en traction	500 MPa	550 MPa
Module Young en traction	45 GPa	32 GPa
Allongement à rupture en traction	2 %	1.7 %

Afin de comparer les résultats obtenus sur les composites à base de fibres de lin, autant au niveau des propriétés mécaniques que au niveau de l'impact du vieillissement, la plupart des essais ont été menés en parallèle avec un composite renforcé par fibres de verre.

Le tissu Soloplast 300g/m² est un tissu de verre fin à structure toile présentant des propriétés équilibrées 0/90°C. Ce tissu est vendu dans le commerce pour un usage en tant que renfort composite pour résine polyester et époxy dans des applications comme le nautisme, modélisme, maquettes, modelage, planches à voile custom et compétition. Ce matériau a la particularité d'être très déformable à la mise en œuvre.

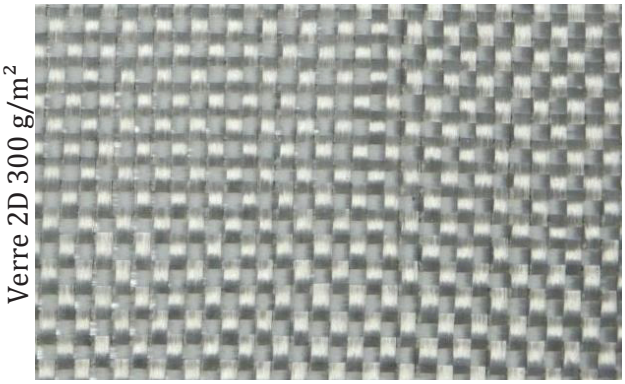


Figure 38 : Apparence du tissu de fibres de Verre 300 g/m² utilisé dans cette étude.

Les propriétés mécaniques du tissu de verre ne sont pas connues, mais il s'agit d'un tissu de verre E standard. Des propriétés moyennes des fibres de verre E dans le domaine du composite sont donc supposées.

Tableau 18 : Propriétés mécaniques supposées du tissu de verre Soloplast 300 g/m².

	Propriétés mécaniques
Contrainte à rupture en traction	1700 MPa
Module Young en traction	70 GPa
Allongement à rupture en traction	3.6 %

1.2.2 Sélection de la résine par essais d'imprégnation

Les considérations préliminaires ont mis en évidence l'importance du choix de la résine sur les propriétés à la fois mécaniques et de durabilité du composite. Il s'agit donc de trouver une combinaison de fibres de lin et de résine polymère qui assure une bonne imprégnation des fibres de lin afin de transmettre de façon optimale l'effort subit par le composite et de protéger ces fibres efficacement de l'environnement extérieur.

De plus la matrice doit aussi présenter des propriétés mécaniques élevées, une bonne adhérence sur le support béton et une bonne résistance aux conditions climatiques, que sont entre autres l'humidité voire la pluie, des températures extrêmes, ou bien les produits chimiques issus du béton ou de l'environnement comme les sels. La résine doit aussi être maniable dans les conditions d'utilisation, i.e. durcir à température ambiante, présenter une durée de vie en pot de quelques heures, présenter une viscosité ni trop élevée pour imbiber les fibres, ni trop faible pour maintenir le renfort sur des supports verticaux.

Dans un premier temps il a semblé pertinent d'essayer de substituer le lin dans différents systèmes existants de renforcement par stratification au contact. En effet les résines polymères de ces systèmes résultent de plusieurs années de recherche et d'optimisation pour le développement de matrice époxydique avec une bonne adhésion sur le support béton, présentant de hautes propriétés mécaniques et une durabilité reconnue dans un environnement

extérieur. Les résines choisies pour ces essais sont utilisées dans les systèmes de renforcement commerciaux suivants :

La résine Ostral 800 : Le procédé COMPODEX® VE est un procédé de renforcement à l'effort tranchant réalisé par un composite verre-époxy. Il est mis en œuvre par imprégnation in situ d'un tissu de verre bi-diagonal à l'aide de la résine époxy ÔSTRAL 800. Il peut être appliqué en 1, 2, ou 3 couches. La résine polymère Ostral 800 est constituée de deux composants (résine + durcisseur) prédosés et conditionnés en kits de 10kg. Une fois mélangée, la résine Ostral 800 a une apparence mate jaune ocre.

La résine Epx TFC : Le procédé Foreva® TFC est un procédé de renforcement structural par collage d'armatures additionnelles à base de fibres de carbone, mis au point en partenariat avec le LCPC, BOSTIK, SOFICAR, et FREYSSINET, commercialisé et posé par FREYSSINET. Le procédé TFC a essentiellement un rôle de renforcement structural aux efforts engendrés par les effets de flexion ou d'effort tranchant. La colle TFC est constituée de deux composants (résine + durcisseur) prédosés et conditionnés en kits de 1.8 kg ou de 5 kg. La consommation moyenne de polymère Eponal® TFC, par exemple pour un tissu de grammage 500 g/m^2 est de 1.2 à 1.5 kg/m^2 par couche de tissu. Elle varie suivant la nature et l'état de surface du support à renforcer. Une fois mélangée, la résine Eponal® TFC a une apparence blanchâtre.

La résine Sikadur 330 : Sikadur®-330 est une résine époxydique de collage/d'imprégnation utilisée pour les tissus «secs» de renforcement de structures de la gamme SikaWrap® principalement de fibres de carbone. La résine Sikadur® 330 est constituée de deux composants conditionnés en kits de 5 kg. La consommation moyenne d'adhésif Sikadur 330 est de 0.7 à 1.5 kg/m^2. Une fois mélangée, la résine Sikadur® 330 a une apparence gris claire crémeuse.

Tableau 19 : Propriétés fabricant des différentes résines vendues dans le commerce pour le renforcement de structures testées pour le composite stratifié au contact du lin.

Résine	Ratio mélange	Densité ρ (kg.dm^{-3})	Viscosité (mPa.s) (20°C)	Module E (GPa)	Contrainte σ_u (MPa)	Déformat° ε_u(%)
Epoxy Ostral 800	8 : 2	1.21	-	3.4	30.7	1.0
Epoxy Eponal TFC	5 : 2	1.25	20.000	2.3	27.3	1.7
Epoxy Sikadur 330	100 : 35	1.30	~ 6.000	4.5	30	0.9

Les essais pour le choix de la résine ont été effectués avec une couche de tissu lin unidirectionnel de 400 g/m^2 produits en 2009. Les fibres sont imprégnées au pinceau de résine époxydique bi-composant sur une plaque de bois cirée. Le composite est marouflé à la spatule afin d'éliminer la résine excessive et les bulles d'air tant que possible. Les plaques composites fabriquées font 30 cm de long et de 25 cm de large. Les plaques durcissent pendant 10 jours à température ambiante.

Les éprouvettes, 25 mm x 250 mm, sont découpées dans des plaques composites à l'aide d'une scie circulaire refroidie avec un système à eau selon les normes ISO 527-5 et ISO 2818, qui sera

décrit plus précisément dans la partie 2. Les éprouvettes sont testées dans des conditions normales d'humidité et de température (~20°C, ~50% HR) sur une machine d'essai de traction universelle Zwick / 1475 à une vitesse de traverse de 1 mm/min jusqu'à rupture de l'échantillon. La force de traction a été déterminée par capteur de force et la déformation longitudinale par des jauges de déformation de 10 mm de longueur de grille (120 Ω) collées à la surface des spécimens. Le module a été calculé selon la norme ISO 527-5 entre 0,05% et 0,25% de déformation. Les éprouvettes présentant une rupture dans les mors sont éliminées. La valeur de la contrainte à rupture σ_u est déterminée selon σ_u =F/S avec S la surface de section de l'éprouvette et F la force appliquée. Les résultats des essais de traction sont résumés dans le Tableau 20.

Tableau 20 : Propriétés réelles des composites monocouches lin 400 g/m² avec les résines du commerce pour les composites de renfort.

Résine	Nb. spéc	Epaisseur (mm)	Module E (GPa)	Contrainte σ_u (MPa)	ξ_u (kN/cm)	Déformation ε_u(%)
Lin + Ostral 800	5	2.5	6.2 ±0.8	65 ±7	1.64 ± 0.09	0.98 ± 0.06
Lin + Epx TFC	6	2.4	8.4 ±0.3	60 ±10	1.40 ± 0,14	0.80 ± 0.08
Lin + Sikadur 330	4	1.8	9.0 ±1.8	72 ±15	1.29 ± 0.11	-

Figure 39 : Eprouvettes de traction des composites de lin UD 400 g/m² (2009) avec les résines de gauche à droite Ostral 800, Sikadur 330 et Foreva TFC. Les fibres de lin sont sèches à cœur.

Une première observation des composites à rupture montre des défauts d'imprégnation avec des faisceaux de fibres de lin qui sont secs et se déchaussent sur plusieurs centimètres avec les résines Ostral 800, Eponal TFC et Sikadur 330. Ces résines ont été développées pour une stratification au contact avec des fibres de verre ou de carbone. Leurs propriétés mécaniques sont certainement très bonnes, mais elles ne parviennent pas à imprégner correctement les fibres de lin. La matrice polymère doit pouvoir distribuer l'effort subi pour le composite de façon homogène entre les fibres de renfort afin d'optimiser l'utilisation des propriétés de fibres de renfort. De plus des fibres « sèches » seront plus sensibles au vieillissement en environnement extérieur que ce soit l'action de l'eau ou des micro-organismes.

Dans un deuxième temps des résines moins visqueuses ont donc été testées dans l'optique d'imprégner les faisceaux de fibres à cœur. Le choix s'est porté sur différentes résines utilisées dans le domaine de la construction pour des usages autres que le renforcement de telle sorte que leur compatibilité avec le support béton, leurs propriétés mécaniques et leur durabilité en environnement extérieur ne soient pas des facteurs limitant à leur utilisation. De plus une résine

époxydique, résine Sandtech® biosourcée, développée pour un usage extérieur plus décoratif, a également été testée :

La résine « Epoxy Sandtech biosourcée » : Développée par SANDTECH en France, il s'agit d'une résine époxydique bi-composants à base d'huile de lin et autres bio polymères non chargée et sans diluants. La résine est de couleur transparente jaune et le durcisseur couleur ocre, cette résine est sans odeurs et sans solvants. Elle présente de grandes résistances mécaniques et chimiques ainsi qu'une très bonne tenue en milieu humide.

La résine Sikadur 52 : Sikadur®-52 Injection est une résine époxydique, sans solvant, à basse viscosité et de consistance liquide, à base de résine époxydique à hautes performances utilisée pour des injections dans le béton suite à fissurations. Elle forme une barrière efficace contre l'infiltration d'eau et permet de limiter la corrosion des armatures. La résine Sikadur® 52 est constituée de 2 composants conditionnés en kits de 1 kg. Une fois mélangée, la résine Sikadur® 52 a une apparence transparente brunâtre.

La résine Eponal 342 : La résine Eponal 342 de BOSTIK est une résine époxy de réparation pour reboucher les fissures et les joints de retrait. La résine Eponal 342 est stable, sans fluage dans le temps et présente une bonne compatibilité avec le béton. La résine est constituée de 2 composants conditionnés en kits de 1 kg ou 5kg. Une fois mélangée, la résine Eponal 342 a une apparence transparente.

Tableau 21 : Propriétés fabricant des secondes résines testées pour le composite stratifié au contact.

Résine	Ratio mélange	Densité ρ ($kg.dm^{-3}$)	Viscosité (mPa.s) (20°C)	Module E (GPa)	Contrainte σ_u (MPa)	Déformat ° ε_u(%)
Epoxy Eposun	2 : 1	1.10	300-1000	-	-	-
Epoxy Eponal 342	33 : 17	1.06	-	-	28	1.2
Epoxy Sikadur 52	52 : 105	1.10	~ 430	-	37	-

L'utilisation des résines plus liquides permet bien d'imprégner les faisceaux de fibres à cœur. La rupture en traction des composites avec les résines plus liquides est bien cohésive, avec peu ou pas de déchaussement des fibres de lin, contrairement aux composites réalisés avec les résines plus visqueuses. La résine Epoxy Sandtech® biosourcée présente des propriétés mécaniques bien plus faibles que les autres résines, et ne sera donc pas considérée dans la suite de l'étude. Les résine Sikadur 52 et Eponal 342, toutes deux utilisées dans le domaine du génie civil pourraient convenir pour obtenir une bonne imprégnation des fibres de lin. Le tableau 6 résume les propriétés des composites en traction obtenues comme expliqué précédemment avec les résines époxy plus liquides. Les résultats des essais de traction sont résumés dans le Tableau 22.

Tableau 22 : Propriétés réelles des composites monocouches lin 400 g/m² avec les résines du commerce pour les composites de renfort.

Résine	Nb. spéc	Epaisseur (mm)	Module E (GPa)	Contrainte σ_u (MPa)	ξ_u (kN/cm)	Déformation ε_u(%)
Lin + Eposun	5	2.2	7.4 ±1.6	50 ±5	1.11 ± 0.05	0.71 ± 0.11
Lin + Eponal 342	4	2.3	7.0 ±0.7	80 ±7	1.80 ± 0.15	1.45 ±0.17
Lin + Sikadur 52	5	2.1	9.1 ±1.0	90 ±15	1.84 ± 0.07	1.47 ± 0.08

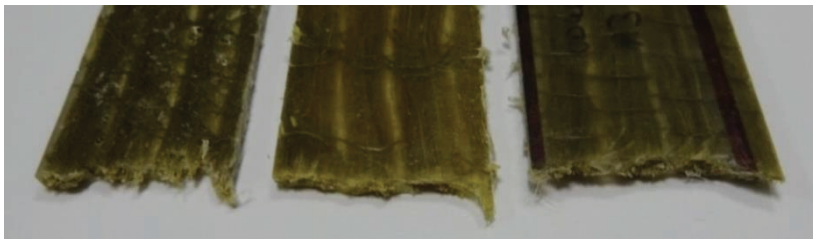


Figure 40 : Eprouvettes de traction des composites une couche de lin UD 400 g/m² avec de gauche à droite Eposun, Sikadur 52 et Eponal 342.La rupture est cohésive, sans fibres déchaussées.

Dans les systèmes de renforcement composite par stratification au contact actuellement dans le commerce, une même résine imprègne les fibres et sert de colle sur la surface du béton. La seule interface de collage avec le support étant la matrice même du composite, cette technique de pose ne génère pas de concentration de cisaillement pouvant provoquer des amorces de décollement dans les zones de faible épaisseur de résine. Toutefois dû à sa faible viscosité, la matrice d'imprégnation ne peut pas faire office de résine d'adhésion avec la surface béton. Il est donc nécessaire d'introduire une deuxième résine qui servira de colle entre les fibres imprégnées et la surface béton à renforcer, comme cela était le cas initialement lors du développement du procédé de renforcement par Mitsubishi Corp au début des années 90.

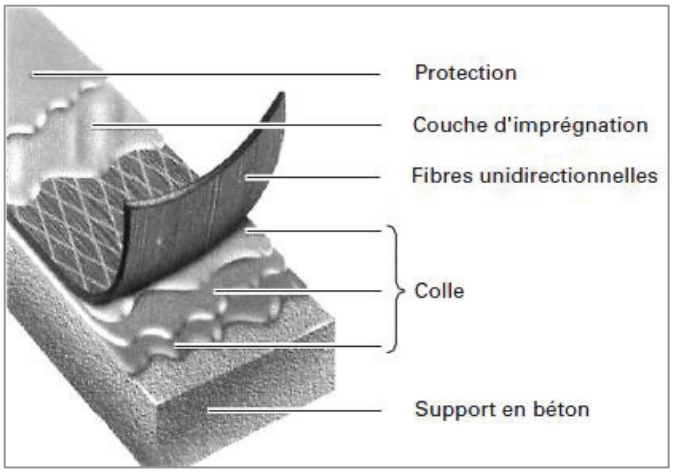


Figure 41 : Schéma du système multicouche des FRP pour le renfort de béton (Mitsubishi Corp.)

Les deux résines d'imprégnation et de collage doivent présenter une excellente compatibilité pour ne pas générer de concentration de cisaillement et de fissurations à l'interface entre les deux résines. Notre choix s'est porté sur le couple de résines Epx TFC / Eponal 342. En effet ces deux résines du même fabricant présentent selon le fournisseur une formulation de base similaire. Des charges dans la formulation de la résine Epx TFC lui confèrent sa haute viscosité.

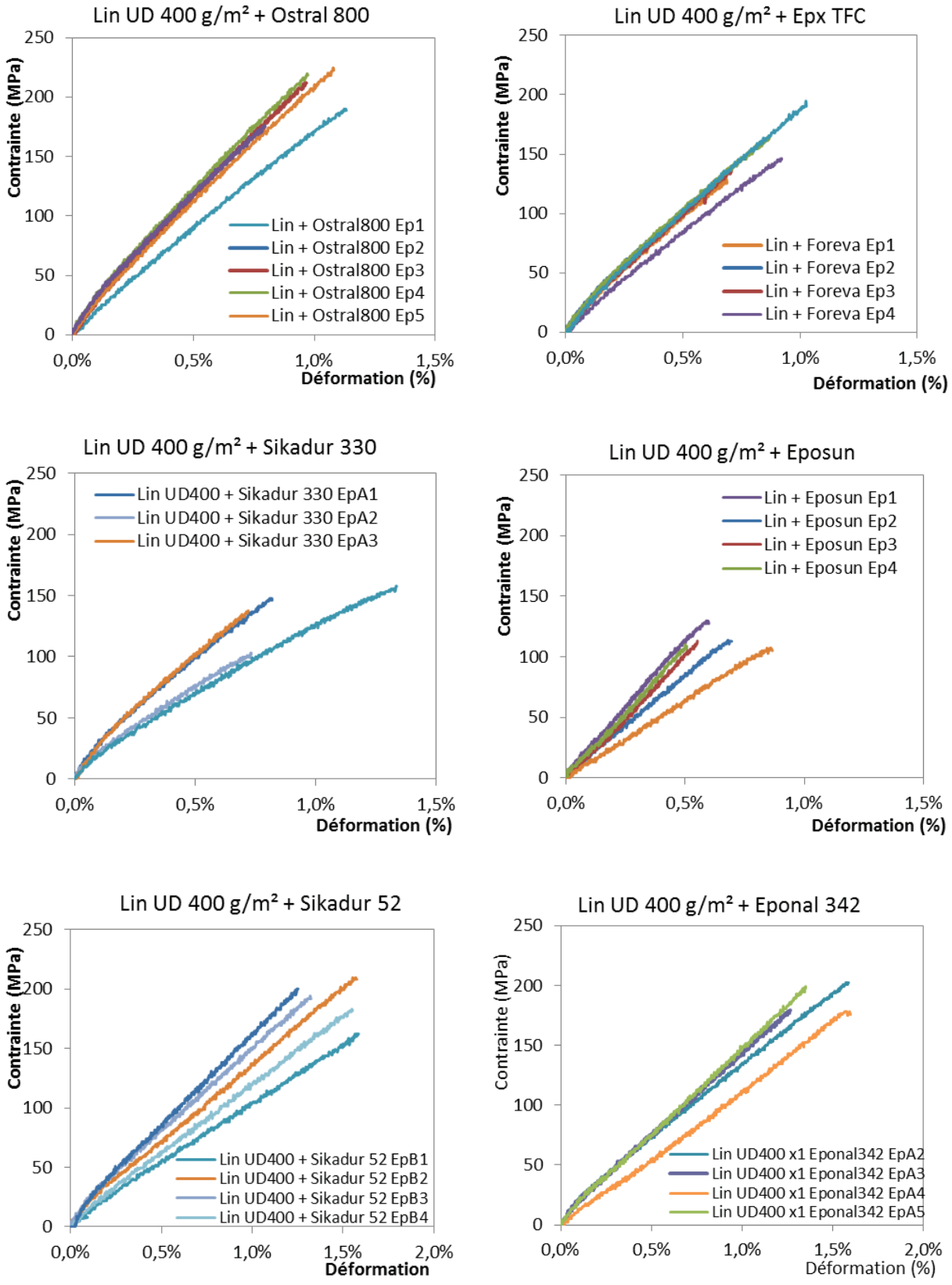


Figure 42 : Courbes contrainte nette-déformation des composites lin avec les différentes résines.

1.2.3 Validation de la cohésion et adhérence sur béton des composites stratifiés au contact.

Afin de valider le couple de résines Epx TFC/Eponal 342, le composite issu de cette configuration a tout d'abord été testé en traction et observé au microscope électronique à balayage (MEB) et au tomographe. La bonne adhérence sur support béton et la cohésion du matériau ont ensuite été éprouvées par test d'arrachage « pull-off ».

Un composite avec 3 plis de tissu de lin Sergé 600 g/m^2 a été réalisé avec les résines sélectionnées. Les fibres sont imprégnées de la résine Eponal 342 et déposées sur une couche de résine Epx TFC. Une couche de fermeture en surface de Epx TFC donne un aspect final plus lisse au composite. La même technique a été utilisée sur une dalle de béton.

Les spécimens de 2,5 cm x 25 cm découpés dans la plaque de composite sont testés en traction jusqu'à rupture selon la norme ISO 527-5. La rupture a lieu de façon cohésive sans déchaussement important de fibres ni création visible de fissuration à l'interface entre les deux résines. Le composite et le faciès de rupture sont ensuite observés au microscope électronique à balayage (MEB) et au tomographe. Les photos de MEB ont été réalisées sur un microscope Hitachi S800 au CTμ de l'Université Lyon 1.

- **Observations au Microscope électronique à Balayage**

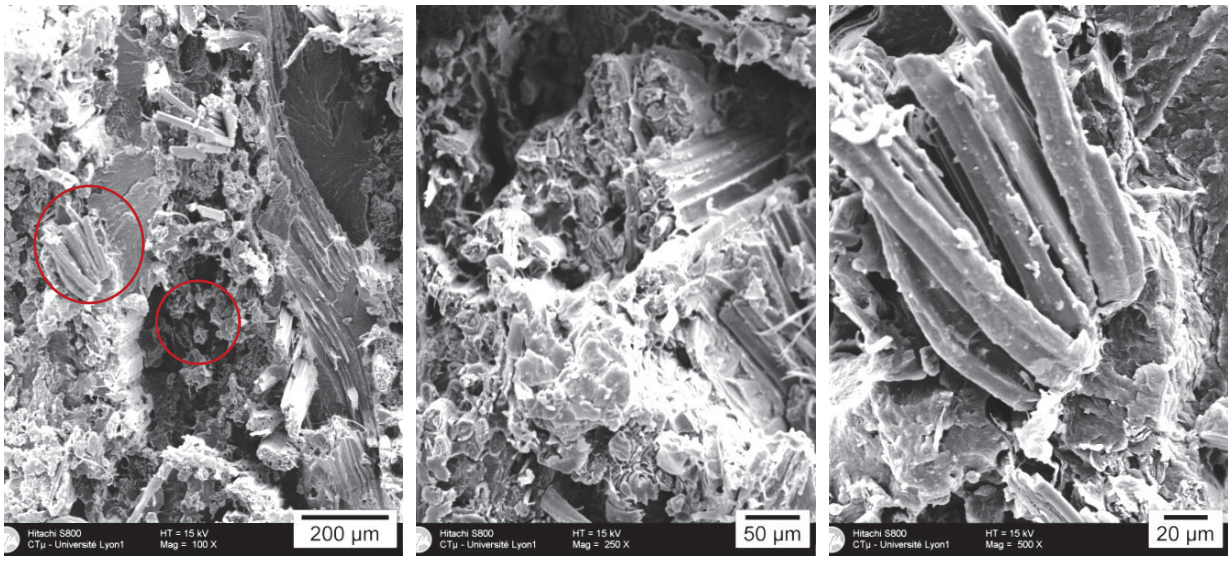


Figure 43 : Photographies MEB du faciès de rupture du composite lin - époxy stratifié au contact après test en traction. (a) x 100, (b) x 200, (c) x 500.

La Figure 43 présente différents grossissements du faciès de rupture du composite lin stratifié au contact. L'aspect général de l'échantillon est assez hétérogène et les trois couches de tissus sont aisément identifiables, avec les faisceaux de fibres agglomérées. Chaque couche de tissu est séparée par une couche de résine. La résine doit servir de liant afin de répartir de façon homogène l'effort supporté par le composite aux fibres mais n'apporte que peu de propriétés mécaniques si présente en excès.

Certaines fibres du centre des faisceaux sont déchaussées. Cette observation permet d'avancer que l'adhésion fibre/matrice époxy des fibres périphériques imprégnées est bonne, mais que le cœur des faisceaux de fibres n'est toujours pas parfaitement imprégné. De cette mauvaise imprégnation découle la rupture non cohésive des fibres centrales.

Si certaines zones paraissent avoir rompues avec la résine (Figure 43 b), la présence de fibres largement déchaussées (Figure 43 c) s'oppose à une rupture entièrement cohésive. Néanmoins des traces de résidus de matrices sont visibles sur la plupart des fibres déchaussées et le détail de la photo (c) permet de voir que la résine époxy a été en partie entraînée avec les fibres lors du déchaussement formant une sorte de boursouflure au pied des fibres, ce qui confirme une bonne adhérence entre les fibres de lin et la résine Eponal 342.

L'interface entre les deux résines a été observée plus en détail afin de valider la bonne compatibilité des résines Epx TFC et Eponal 342. Un autre échantillon réalisé avec le couple de résine Sikadur 52 et Epx TFC a été observé et comparé. Les propriétés mécaniques, contrainte à rupture et module élastique, de ce composite sont plus faibles que le composite témoin de plus de 40%.

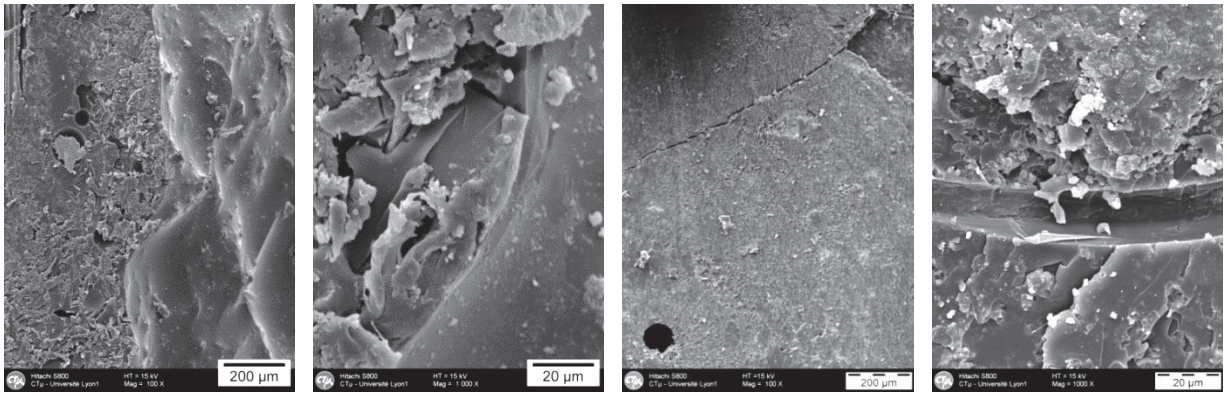


Figure 44: Photographies MEB de l'interface entre deux résines (a) et (b) pour l'échantillon avec les résine Epx TFC/ Eponal 342, (c) et (d) avec les résine Sikadur 52/ Epx TFC.

Les photos de la Figure 44 (a) et (b) montrent l'interface entre les résines Eponal 342 et Epx TFC. La résine TFC présente une surface plus lisse tandis que la résine d'imprégnation semble avoir pelée sous la coupe de préparation de l'échantillon. Bien que la limite entre les deux matrices soit visible, aucune fissure n'est apparue au niveau de l'interface sur toute la longueur de l'échantillon. Les photos (c) et (d) de l'interface entre Sikadur 52 et Epx TFC montrent une grande fissure non observée à aucun endroit sur le spécimen du composite témoin. Un plus fort grossissement à x1000 révèle une différence de texture de part et d'autre de la fissure. Cette observation soutient l'hypothèse que la fissure se trouve à l'interface entre les deux résines Sikadur 52 et Epx TFC et illustre la mauvaise compatibilité des deux résines. En comparaison l'absence de fissuration dans l'échantillon témoin est un signe d'une bonne compatibilité.

- **Test d'adhérence au support béton par arrachage « pull-out »**

L'essai d'arrachage « pull out » consiste à coller le composite sur une dalle de béton présentant un état de surface conventionnel, puis, après durcissement, à arracher par traction directe des éléments cylindriques du composite par l'intermédiaire de pastilles métalliques. Les dalles de 30

cm x 30 cm x 5 cm ont été réalisées avec un béton standard prêt à l'emploi selon la norme NF P18-852. Après 28 jours la surface du béton est décapée par ponçage mécanique avant l'application du composite.

7 jours après la stratification l'opération de carottage d'un diamètre de 5cm doit pénétrer de 3 à 4 mm dans le support béton. Le collage des pastilles en acier intervient 24 h après carottage. Le dynamomètre est mis en place au-dessus de la pastille, l'effort de traction est appliqué progressivement sur la pastille jusqu'à arrachement. La charge maximale obtenue au cours de l'essai, exprimée en newton est lue directement sur le cadran du dynamomètre. Pour chaque essai, la moyenne doit être calculée avec au moins cinq mesures tout en éliminant les valeurs s'écartant de ± 20 % de la moyenne. Au-delà de l'élimination de deux valeurs, l'essai est à refaire.

$$\sigma_{adh} = \frac{F_{moy}}{S_N}$$

σ_{adh} : contrainte d'arrachement (MPa)
F_{moy} : force d'arrachement (N)
S_N : surface nominale de la pastille (mm^2)

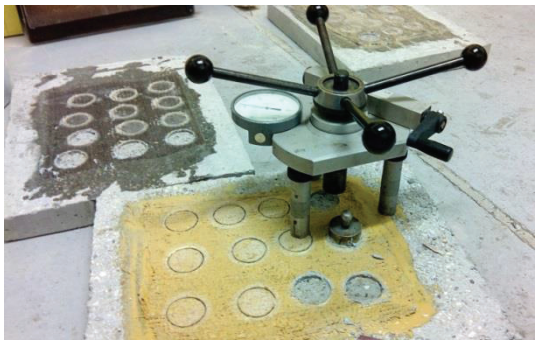
a)  b)

Figure 45 : (a) Dynamomètre pour l'essai d'arrachage, (b) Pastillage et rupture dans le béton.

Afin de considérer l'adhérence du composite sur le support béton comme satisfaisante, la rupture à l'arrachement doit avoir lieu dans le support béton avec une valeur moyenne supérieure ou égale à 1.5 MPa. Une rupture à l'interface béton/résine, résine/composite, ou dans le composite, dénotent d'une adhérence ou d'une cohésion interne insuffisantes. La valeur minimale de 1.5 MPa traduit les propriétés en traction minimale requise pour le support béton, afin de faire l'objet d'un renforcement structural par collage de composite.

Les essais menés avec le composite lin/époxy réalisé comme défini précédemment, mènent pour 5 pastillages à une rupture dans le support béton et pour 4 à une rupture mixte béton et à l'interface béton/composite, avec une valeur moyenne d'arrachage de 2.00 ±0.5 MPa.

L'essai a été renouvelé avec au préalable l'application sur le support béton d'une couche de résine liquide Eponal 342 comme apprêt, afin d'essayer d'obtenir une meilleure accroche sur le support béton. L'application de cette couche résine introduit une interface Epx TFC / Eponal 342 supplémentaire, mais la cohésion entre ces résines est a priori suffisamment forte pour ne pas introduire de zone de fragilité. Les essais d'arrachage mènent pour les 8 pastillages à une rupture dans le support béton et pour 1 à une rupture mixte béton et à l'interface béton/composite, avec une valeur moyenne d'arrachage de 2.04 ±0.4 MPa.

L'application d'une couche d'apprêt d'Eponal 342 sur le support béton conduit donc à des valeurs de traction similaires à l'arrachage. Une imprégnation plus profonde du support devrait toutefois améliorer les propriétés en cisaillement. Pour la suite des essais une couche d'apprêt d'Eponal 342 sera systématiquement appliquée pour les composites stratifiés au contact.

Bilan de la validation du choix des résines :

⟶ Le couple de résine Eponal 342 et Epx TFC offre une bonne imprégnation et compatibilité avec les fibres de lin, et une bonne compatibilité des résines entre elles.

⟶Les tissus avec un tex plus faible (1300 plutôt que 2900) présentent une meilleure imprégnation des fibres et consécutivement leur utilisation conduit à une rupture plus cohésive du composite.

⟶ La configuration d'application avec une couche d'apprêt d'Eponal 342 sur le support béton est retenue pour la suite de cette étude.

⟶ L'adhérence du composite lin/époxy réalisé comme défini précédemment au support béton est suffisant pour envisager utiliser ce matériau comme renfort extérieur.

1.3 Comparaison avec un composite à fibres de lin rigide préfabriqué par thermocompression.

En parallèle du composite stratifié au contact développé au laboratoire, nous avons étudié un plat composite préfabriqué rigide renforcé par fibres de lin. Les plats composites rigides utilisés en génie civil sont, comme décrit dans la partie bibliographique, le plus souvent fabriqués par pultrusion avec des fibres de carbone avec des résines époxy. Ne pouvant réaliser ce matériau nous même au laboratoire, ce composite est fabriqué par FIBROLINE par thermocompression avec des fibres Nattex® de même provenance.

Les fibres de lin ne se prêtent pas facilement au procédé de pultrusion, de par les hautes températures de procès ainsi que la nature non-continue des fibres unitaires. La fabrication industrielle par thermocompression permet malgré tout l'utilisation de résine époxy à plus haute température de transition vitreuse et donc avec de meilleures propriétés mécaniques pouvant conduire à des matériaux avec un taux de fibres plus élevé.

1.3.1 Fabrication des plats composites à renfort de lin thermo-compressés

Les plats rigides consolidés ont été fabriqués par l'entreprise FIBROLINE, acteur du projet FIABILIN. FIBROLINE est une Société d'ingénierie créée en 2003 dans les locaux de l'IFTH qui a développé un procédé d'imprégnation par voie sèche, sans eau ni solvant permettant la fabrication de nouveaux textiles techniques et composites. La Société vend ses brevets et son savoir-faire dans le cadre d'accord de licences.

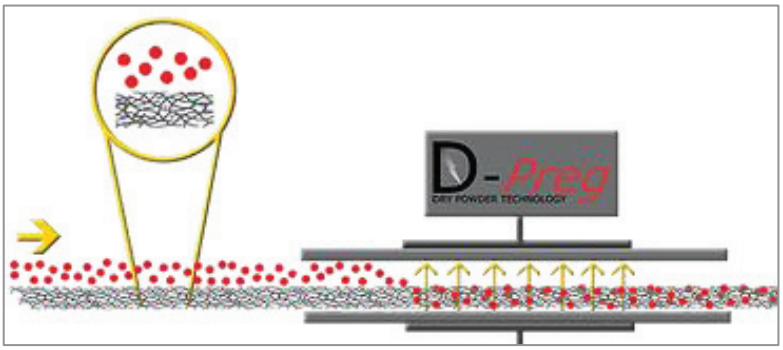


Figure 46 : Schéma de la technologie D-Preg ® d'imprégnation par voie sèche de FIBROLINE.

Les fibres de lin sont imprégnées couche par couche de poudre de résine selon la technologie de D-Preg® développée par FIBROLINE. Les fibres sous-poudrées de poudre de résine sont placées entre deux plaques diélectriques et un fort courant électrique alternatif est appliqué entre les électrodes pendant quelques secondes. La poudre de résine crée un plasma plus ou moins libre et se répartit de façon homogène au sein des fibres. Le choix des résines en poudre, de la granulométrie et des réglages de l'imprégnation demeurent du domaine de connaissance de FIBROLINE. La technologie D-Preg® permet d'obtenir une bonne imprégnation des fibres même pour des tex plus élevés.

Tableau 23 : Etapes de la consolidation des plaques FIBROLINE sous presse.

Palier 1			Palier 2			Palier 3		
Pression (bar)	θ (°C)	Durée (min)	Pression (bar)	θ (°C)	Durée (min)	Pression (bar)	θ (°C)	Durée (min)
0	160	2	10	200	3	10	-5°C/min	20

Les fibres imprégnées subissent un calandrage afin de fixer la poudre. La consolidation du matériau se fait sous presse à haute température avec le nombre désiré de plis selon les étapes du Tableau 23.

Après différentes configurations, un tissu unidirectionnel a semblé plus adapté pour développer le matériau qui travaillera principalement en traction. Le tissu de lin unidirectionnel, de 2900 tex, soit avec un grammage de 400 g/m^2 a été utilisé avec 4 plis. Le composite se présente à la fin sous forme de plaques rigides de dimension 30 cm x 40 cm.

Figure 47 : Apparence extérieure des plaques dures Lin/époxy réalisées par FIBROLINE.

1.3.2 Validation de la cohésion et adhérence des plats composites thermo-compressés

- **Observations au Microscope électronique à Balayage**

Les photos de la Figure 48 proviennent de l'observation au MEB du faciès de rupture avec traction d'un échantillon du composite Lin/époxy thermo-compressé. Déjà visible à l'œil nu et confirmé par l'observation au MEB, le composite a rompu en marche d'escalier, mettant en évidence les couches de tissus superposées comme cela peut être reconnu dans les photos au grossissement x 50. Le grossissement x 500 du faciès de rupture montre que les fibres sont très peu déchaussées et la surface des fibres mises à nues est accidentée. Sont aussi visibles quelques fibrilles déchaussées en surface de certaines fibres, qui d'après l'échelle pourrait correspondre à des méso-fibrilles, ce qui pourrait être dû à l'abrasion de la matrice lors de la rupture de l'essai de traction.

Si la rupture de chaque couche peut être considérée cohésive, le composite rompt en feuillets. Sachant que chaque couche de tissu est imprégnée et calandrée séparément avant d'être empilées au moment de la consolidation, cette constatation souligne peut-être un léger manque de résine pour faire la liaison entre les plis de tissus.

L'observation à grossissement x 500 des fibres déchaussées en Figure 9 permet de souligner une bonne compatibilité entre les fibres de lin et la résine époxy. En effet les fibres mises à nu sont couvertes de résidus de matrice jusqu'aux extrémités. La rupture ne s'est donc pas effectuée le long de l'interface entre les fibres et la résine.

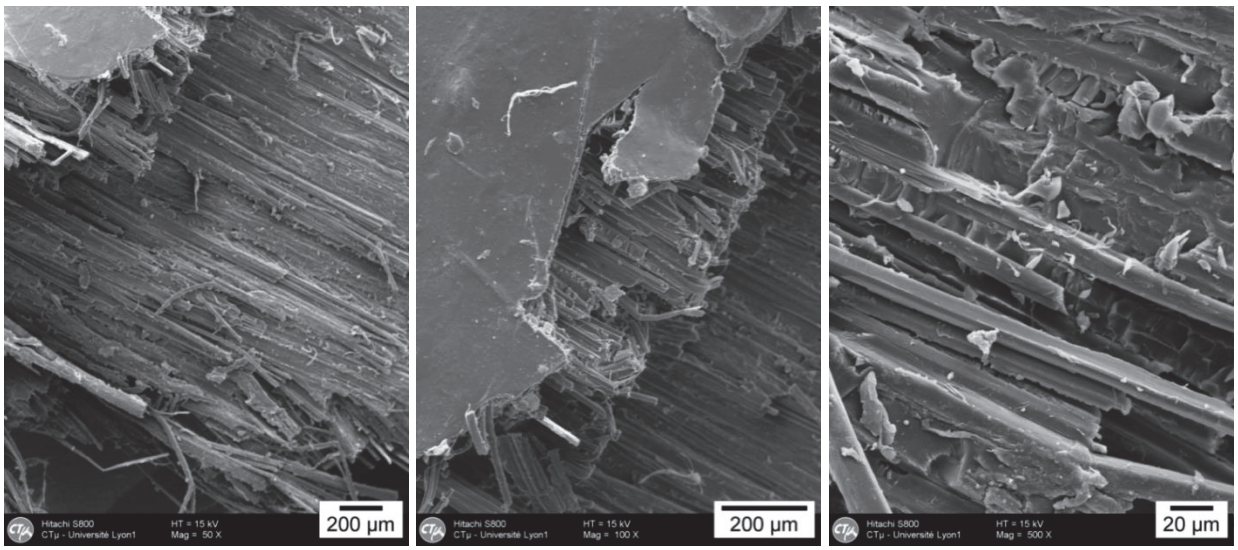


Figure 48 : Photographies MEB du faciès de rupture du composite lin/époxy FIBROLINE thermo-compressé après test en traction. (a)(b) x 50, (c) x 500.

La surface des fibres est accidentée et des fibrilles de lin sont visibles sur certaines fibres, ce qui pourrait être dû au retrait des fibres lors de déchaussements. Les observations à grossissements x1000 et x4000 laissent reconnaître la structure en feuillets concentrique typique de l'architecture des fibres de lin. Les photos de la Figure 49 illustrent les deux cas de figures, d'une rupture nette perpendiculaire à la direction de la fibre et une rupture avec arrachage des

couches extérieures de la fibre. Les deux cas sont cohérents avec une rupture cohésive du matériau à l'échelle d'une couche de tissu.

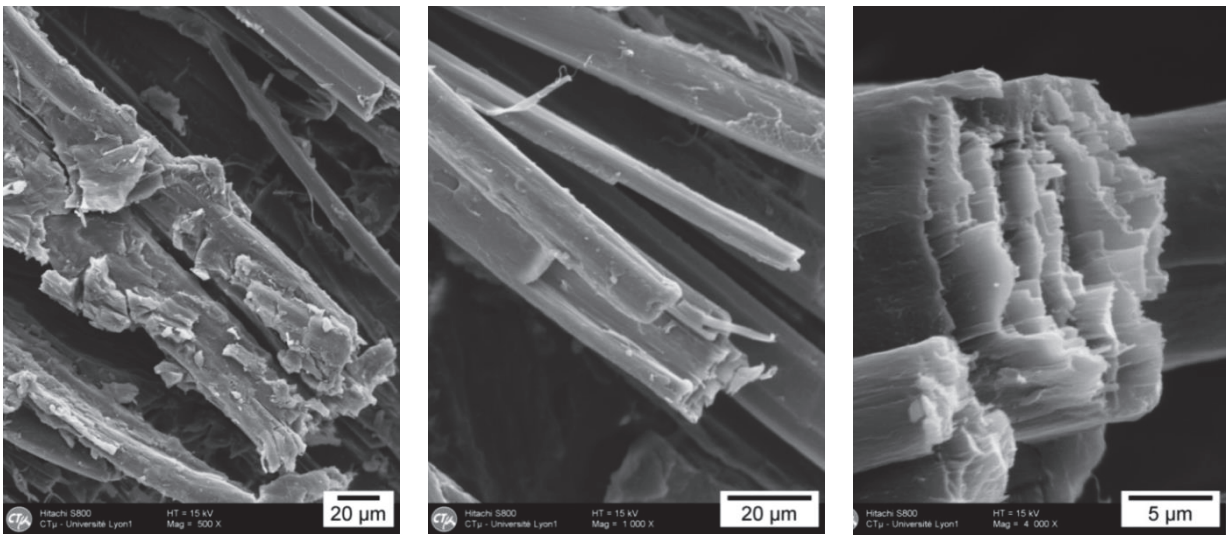


Figure 49 : Photographies MEB du faciès de rupture du composite lin/époxy FIBROLINE thermo-compressé après test en traction. (a) x 500, (b) x 1000 et (c) x 4000.

- **Test d'adhérence au support béton par arrachage « pull-out »**

Ces plats rigides doivent coller sur le support béton à l'aide d'une résine durcissant à température ambiante épaisse qui permette de combler les aspérités de la surface poreuse du béton et supporter le poids du composite. Pour des questions de disponibilité et de propriétés, notre choix s'est porté sur la résine Sikadur 330, introduite précédemment.

L'adhérence de la résine Sikadur 330 avec le support béton et le composite se doit d'être elle aussi validée par des essais d'arrachage pull-out afin d'en valider l'utilisation en combinaison avec les plats rigides. Les essais menés avec le composite de FIBROLINE collé avec la résine Sikadur 330 comme défini précédemment, mènent pour 5 pastillages à une rupture dans le support béton, et à un décollement de la pastille métallique, avec une valeur moyenne d'arrachage de 2.17 ±0.6 MPa.

Bilan sur le composite lin/époxy thermo-compressé :

La configuration de travail des plats composites rigides, fabriqués par thermocompression avec 4 plis de tissu de lin 400 g/m^2 avec une résine époxy, et collés ensuite sur le support béton avec la résine Sikadur 330 est ainsi retenue au cours de cette étude comme élément de comparaison avec le composite stratifié au contact.

1.4 Détermination des températures de transition vitreuse

Comme nous l'avons vu dans la partie bibliographique préliminaire, la connaissance de la température de transition vitreuse Tg est importante, car celle-ci donne une indication sur les propriétés mécaniques du polymère. La Tg dépend directement du degré de réticulation de la matrice, comme la plupart des propriétés mécaniques des polymères, et donne donc une information sur le degré de cure du matériau. De plus la connaissance de la Tg donne une

indication de la température limite de service du matériau, puisque à l'approche de cette température les propriétés du polymère commencent à chuter. Nous allons donc déterminer les températures de transition vitreuse des résines utilisées dans la confection du matériau de renfort Eponal 342 et Epx TFC.

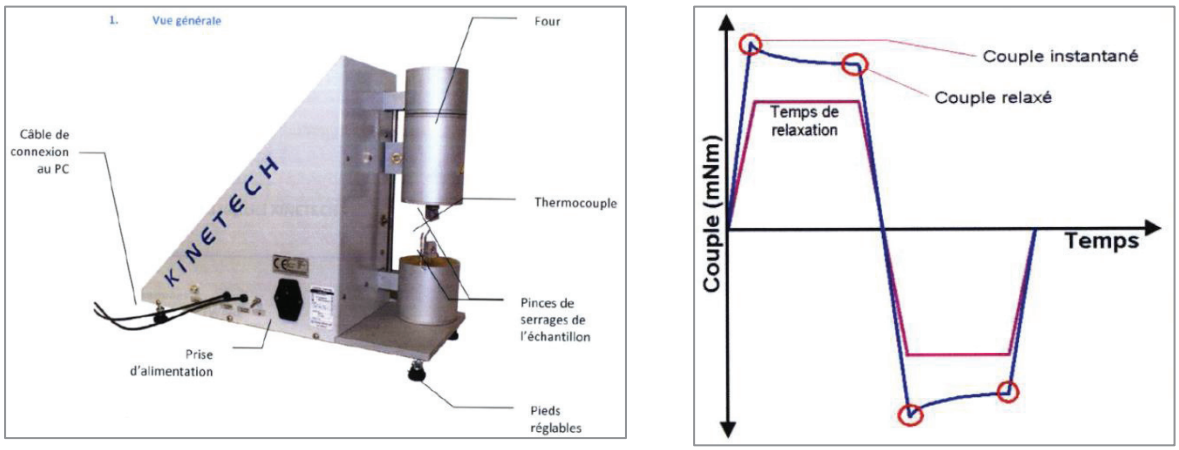


Figure 50 : (a) Vue générale du KINETECH. (b) Commande torsion imposée et lecture du couple.

La température de transition vitreuse Tg est déterminée à l'aide d'un appareil KINETECH développé par Matériau Ingénierie, qui peut être selon l'utilisation un DMA (dynamic mechanic analyze) ou un rhéomètre de relaxation. Les éprouvettes de dimensions 50 x 10 x e mm sont soumises à un angle de torsion variant entre 5° et 25°. Le couple transmis est mesuré tout en augmentant régulièrement la température. Le temps d'attente entre l'angle positif et l'angle négatif permet de mesurer le couple relaxé R et ainsi d'avoir accès à la relaxation en fonction de la température. Un flux d'air comprimé tout au long de l'essai maintient l'homogénéité de la température dans l'enceinte. Cet appareil est largement utilisé dans la pratique surtout par les industriels en raison de son mode opératoire simple, de son prix de revient moins onéreux qu'un dispositif de DMA (Analyses Mécaniques Dynamiques) ou de DSC (Calorimétrie Différentielle à Balayage).

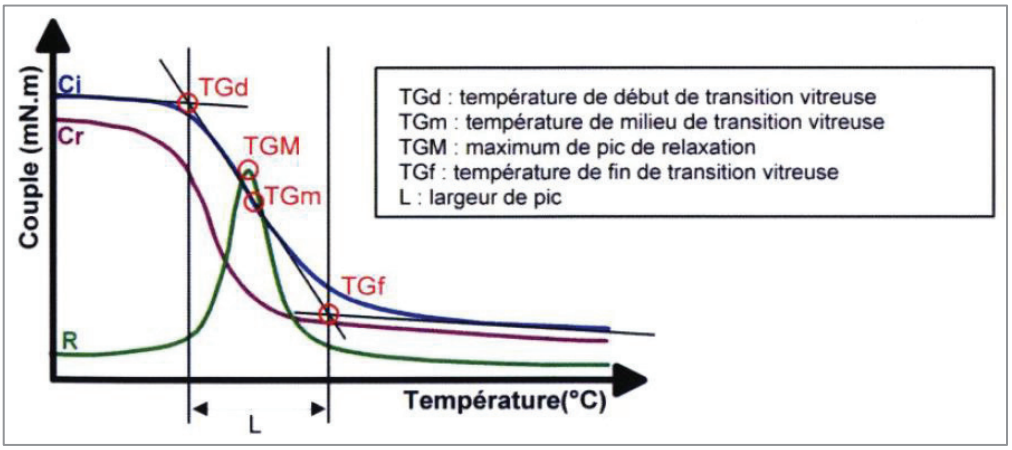


Figure 51 : Courbe type attendue en DMA avec le KINETECH, avec les valeurs extraites des courbes.

L'analyse de la relaxation, plus fine qu'une perte de module et plus simple qu'un angle de perte, permet de situer exactement la zone de transition vitreuse. La Tg est mesurée par la méthode

des tangentes comme le maximum de la différence de relaxation R. T_{Gd}, T_{Gm} et T_{Gf} sont respectivement la température de début, du milieu et de fin de la zone de transition vitreuse. Une description précise de comportement du matériau est définie non seulement pour la valeur de relaxation maximale, mais aussi par la largeur du pic de relaxation. Le début du pic correspondant au début d'une perte de propriétés pour le matériau. Dans la plupart des cas, une zone de transition étalée est le signe d'un matériau hétérogène avec une large distribution de longueurs de chaines. L'amplitude de la relaxation en début de courbe renseigne sur l'état de vieillissement du matériau (mûrissement, conditions de stockage…).

Les essais sur les résines ont été menés avec à une vitesse d'augmentation de température de 3°C/min avec 5 à 6 éprouvettes par types de résine. Les résultats des essais sont rassemblés dans le Tableau 24. Les courbes des torques du couple instantané-coupe relaxé normalisés sont représentées en Figure 52.

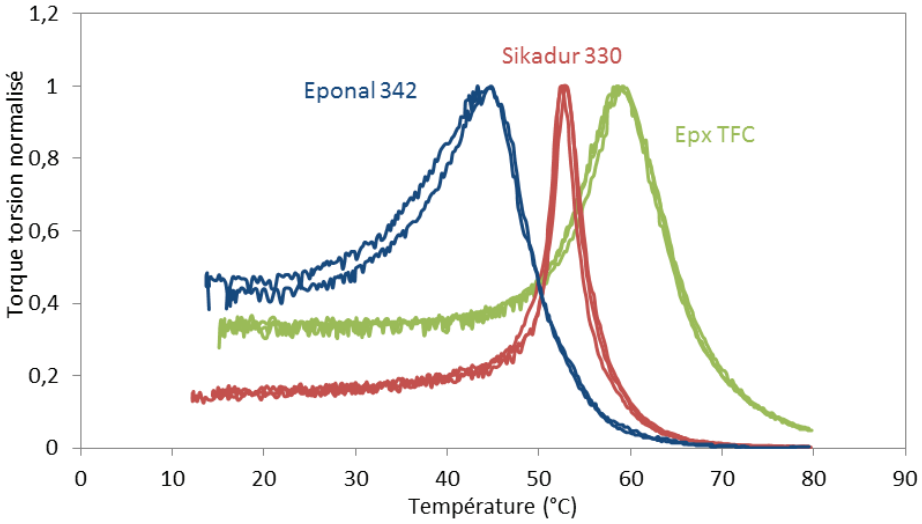


Figure 52 : Torques du couple instantané-coupe relaxé normalisés pour les 3 différentes résines.

Tableau 24 : Températures de transition vitreuse des résines sélectionnées.

Résine	Eponal 342	Epx TFC	Sikadur 330
Tg (°C)	45.2 (±1,2)	58.9 (±0,4)	52.7 (±0,6)
Tg min (°C)	39.8 (±0,1)	52.7 (±1,6)	50.8 (±0,4)
Tg max (°C)	51.9 (±0,5)	65.2 (±0,2)	56.3 (±0,6)

La résine Sikadur 330 présente une température de transition vitreuse moyenne vers 53 °C intermédiaire entre celles de l'Eponal 342 à 45 °C et la résine Epx TFC à 59 °C. Le pic de relaxation est le plus étroit pour la résine Sikadur 330, dont la zone de transition se situe environ entre 51°C et 56°C. Les résines Eponal 352 et Epx TFC présentent une zone de transition plus large sur 10°C environ. Cette remarque laisse supposer que la résine Sikadur 330 est plus homogène que les deux autres.

2. Analyse du comportement des composites à fibres de lin

Dans cette deuxième partie le comportement des composites à fibres de lin est analysé en traction. Lors de leur utilisation comme matériau de renfort de structure en béton les composites sont principalement sollicités dans une direction connue. La mise en place du composite se fait donc la plupart du temps en plaçant les fibres dans la direction de l'effort à reprendre. Pour cette raison les tests de caractérisation mécanique ont été uniquement menés dans la direction longitudinale des fibres de renfort, soit le sens des fibres pour les tissus unidirectionnels et à 0° de l'une des directions pour les tissus bidirectionnels.

La mise en œuvre par stratification au contact conditionne largement les propriétés du matériau résultant. Dans certains cas la pose peut s'effectuer sous vide par l'installation d'un sac étanche en surface avec une pompe à air, ou bien le tissu imprégné de résine peut être conditionné en rouleau pour faciliter la pose par simple déroulement. Dans tous les cas la mise en œuvre par stratification au contact ne permet pas de fixer l'épaisseur exacte du composite, ni le taux de fibre ou de porosité exacts. Il s'agit plus d'un constat après mise en œuvre des propriétés résultantes.

Dans le cadre de cette étude technique visant à tester la possibilité d'utiliser les fibres de lin pour renforcer par application extérieure des structures en béton, le composite se doit de répondre à différents critères de performance.

- Afin d'offrir un intérêt économique et technologique, les propriétés en traction se doivent d'être comparables à celles obtenues avec des tissus de renfort en fibres de verre.
- Pour des raisons de sécurité et de dimensionnement les propriétés mécaniques doivent être reproductibles et prévisibles.
- Si possible, les propriétés mécaniques du composite ne doivent pas varier pour 2-3-4 plis afin de pouvoir calculer facilement la quantité de composite nécessaire lors du dimensionnement.

Les essais ont été menés avec des tissus de lin unidirectionnel 220 g/m^2, et bidirectionnels Sergé 3/3 350 g/m^2 et 600 g/m^2. Bien que le composite soit généralement sollicité dans une direction principale, dans certaines applications des tissus bidirectionnels sont privilégiés afin d'offrir une meilleure adhérence avec le support, une meilleure cohésion du matériau lors de la pose ou de répondre à des contraintes du support dans des directions multiples. En parallèle le composite stratifié au contact réalisé avec des fibres de verre et le composite à fibres de lin préfabriqué par thermocompression sont testés comme valeurs comparatives.

2.1 Mise en œuvre et caractérisation des composites à renfort de lin

2.1.1 Préparation des composites

Pour le composite stratifié au contact, les fibres sont imprégnées pli par pli au pinceau de résine époxydique bi-composants liquide Eponal 342 et déposées sur une plaque de bois cirée sur une sous-couche de résine époxydique bi-composante plus visqueuse Epx TFC, qui servira de colle

sur le support béton. Le composite est marouflé à la spatule afin d'éliminer la résine excessive et les bulles d'air tant que possible entre l'application de chaque pli. Afin de limiter la rugosité de surface des fibres, une couche de fermeture de résine Epx TFC est appliquée sur la surface du composite. Une cure à température ambiante est assurée pendant 10 jours. Les plaques composites fabriquées font 30 cm x 25 cm pour les tissus de verre V300 et de lin UD400, S350 et S600 ; et 30 cm x 11 cm avec le tissu UD220 en conséquence du conditionnement du rouleau.

Figure 53 : Plaques de composite avec résines Eponal® 342 et Epx TFC ® et tissus Sergé 350 g/m² après marouflage.

Pour les deux types de composites, stratifiés au contact et thermo compressés, des éprouvettes de dimensions 25 mm x 250 mm sont découpées dans les plaques à l'aide d'une scie circulaire refroidie avec un système à eau selon les normes ISO 527-5 et ISO 2818. Le pourtour des plaques est éliminé afin de s'affranchir des effets de bords.

2.1.2 Description de l'essai de traction directe

La machine utilisée à la fois pour les essais de traction des résines, des composites et les essais de cisaillement est une machine de traction universelle Zwick/1475, produite par Zwick Roell. Il s'agit d'une machine d'essai électromécanique d'une capacité de 50 kN en traction-compression, avec une traverse de 66 cm de large mobile entre deux colonnes. La machine de traction universelle est adaptée pour des essais de traction, compression, flexion, fluage ou hystérésis. La vitesse d'essai peut varier entre 0,01 à 250 mm/min à des températures allant de -40°C à 130°C. Un capteur de force relie la machine à un ordinateur muni du logiciel « TestXpert II » afin de contrôler, enregistrer et analyser les données de force et déplacement au cours des essais.

Les éprouvettes de traction sont testées dans des conditions normales d'humidité et de température (~20°C, ~50% HR) à une vitesse de traverse de 1 mm/min jusqu'à rupture de l'échantillon selon la norme ISO 527-1. La force de traction a été déterminée par capteur de force et la déformation longitudinale par des jauges de déformation collées à la surface dans la partie centrale des spécimens dans la direction de traction. Les jauges KFG-10-120-C1-11 de KYOWA de 10mm présentent une résistance de 120.0 ±0.2 Ω avec une déformation maximale de ~5%. La force et les déformations mesurées par les jauges sont enregistrées par un ordinateur avec le logiciel « Strain Smart 5000 » de VISHAY.

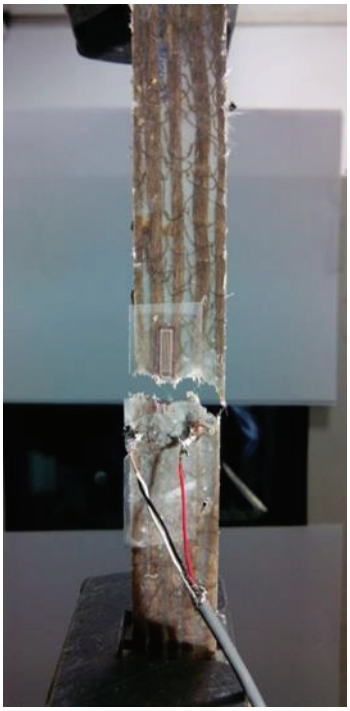


Figure 54: (a) Machine de traction universelle Zwick/1475, (b) Essai de traction sur composite.

2.1.3 Exploitation des essais de traction : calculs des modules, contraintes et efforts tensiles

- **Influence de l'épaisseur sur les calculs de contrainte et module**

La valeur de la contrainte est déterminée selon $\sigma_c = F/S$ avec S la surface de section de l'éprouvette et F la force à rupture. La surface de section est calculée selon $S = l.ep$ avec l la largeur de l'éprouvette et ep l'épaisseur de l'éprouvette. Or le procédé de stratification au contact ne permet pas de fixer le pourcentage volumique de fibres (V^f), ni l'épaisseur (ep) du composite, qui peuvent varier significativement d'un opérateur à un autre, d'une application à l'autre et même au sein d'une plaque composite dû au relief de surface. De ce fait les propriétés physiques « réelles » des composites stratifiés au contact fluctuent également. Cette variabilité des propriétés est problématique dans les calculs de dimensionnement pour déterminer la quantité de composite nécessaire au renforcement, ou pour comparer les différents composites entre eux.

Afin de s'affranchir de la variation d'épaisseur du composite, l'American Concrete Institute (ACI 2010) préconise pour les composites stratifiés au contact d'utiliser dans les calculs de dimensionnement de renfort les propriétés « nettes » calculées à partir de l'épaisseur des fibres sèches seules. Cette méthode de calcul des propriétés correspond aux usages du domaine des composites pour le renfort extérieur de structure béton stratifiés au contact et permet de s'affranchir des variations d'épaisseur du composite.

Par conséquent, pour tous les essais de traction, les propriétés sont calculées avec l'épaisseur réelle du composite (propriétés réelles : exploitation matériau) et avec l'épaisseur nette des fibres seules (propriétés nettes : exploitation génie civil).

Tableau 25 : Epaisseur "nette" pour les différents tissus de renfort utilisés.

Tissu de renfort	Lin UD 220 g/m²	Lin Sergé 350 g/m²	Lin Sergé 600 g/m²	Verre 2D 300g/m²
Epaisseur d'un pli (mm)	0.49	0.49	0.63	0.25

Afin de s'affranchir totalement des variations dues à la quantité de résine, l'exploitation des essais de traction est également faite par calcul de l'effort tensile admissible $\xi_u = F/l$ (kN/cm) défini comme la force appliquée par largeur de bande composite. Cette valeur ne prend pas en compte l'épaisseur du composite et traduit le mieux la force potentiellement reprise par le composite en traction.

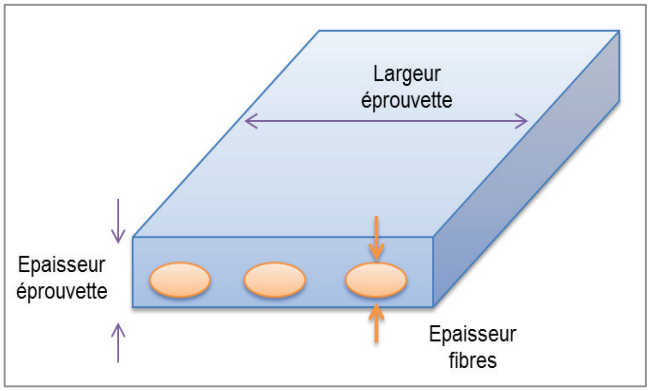


Figure 55 : Schéma explicatif de l'aire utilisée pour les calculs de contraintes et modules.

- **Calcul des modules**

Comme décrit par de nombreux auteurs cités dans la revue bibliographique, et déjà constaté avec les essais préliminaires de traction pour le choix de la résine, les courbes de contrainte-déformation obtenues avec les composites renforcés par fibres de lin présentent une partie initiale avec une pente plus élevée, qui s'adoucit ensuite pour rejoindre une seconde partie quasi-linéaire. Selon Baley et al. (2002, 2012) et Coroller et al. (2013) la courbe de traction des composites à renfort de fibres de lin rejoint une asymptote linéaire au-delà de 1% de déformation. Ils définissent le module du composite comme la pente de cette asymptote.

Dans le cas de cette étude toutefois les composites rompent à des déformations de l'ordre de 1.2 %. En effet les matrices époxy utilisées sont relativement rigides et induisent une rupture du composite avant l'exploitation optimale des fibres. Les composites rompent donc généralement avant d'atteindre une asymptote. D'après les travaux de Bensadoun et al. (2015), le point d'inflexion marquant la fin de la partie linéaire initiale se situe autour de 0.1% de déformation.

Les modules ont en conséquence été mesurés selon la méthode introduite par Bensadoun et al. (2015) avec un module E_1 mesuré entre 0-0.1% de déformation et un second module E_2 mesuré entre 0.3-0.5% de déformation. Dans les cas de points d'inflexion inférieur à 0.1%, la mesure du module E_1 est limitée à la partie initiale linéaire avant la courbure.

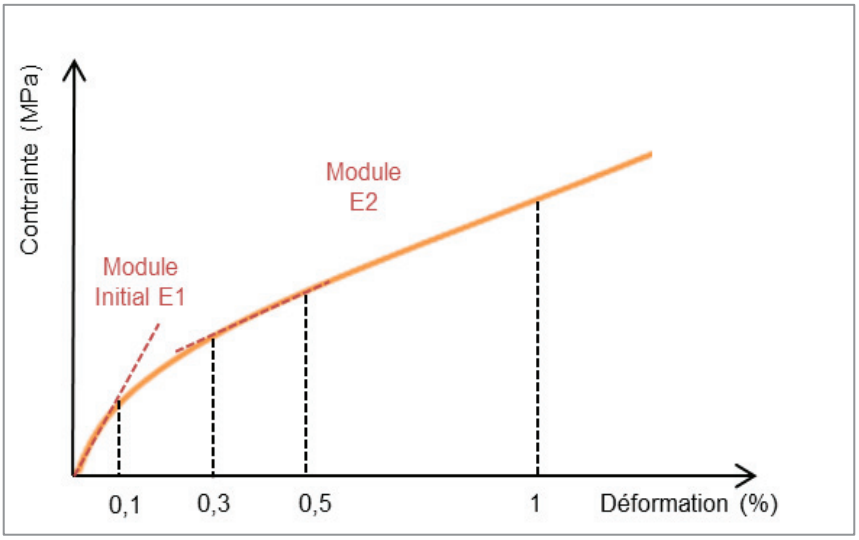


Figure 56 : Schéma d'une courbe de contrainte-déformation typique du composite époxy à fibres lin.

2.1.4 Détermination de la densité et de la porosité des composites

La densité et la porosité des composites donnent des informations importantes non seulement sur la qualité de la mise en œuvre, mais aussi sur les caractéristiques mécaniques potentielles du matériau. Les bulles de porosité créent des zones de concentration de contrainte et peuvent induire des ruptures prématurées du matériau. De plus cette donnée est nécessaire afin d'essayer de prédire les propriétés mécaniques du composite par l'application des modèles de loi des mélanges.

- **Détermination de la densité des composites**

La mesure par pesée hydrostatique semble être la méthode la plus adaptée à notre composite étant donnée la rugosité de surface qui rend la mesure de l'épaisseur effective du composite quelque peu approximative. Les fibres naturelles sont toutefois sujet à gonflement à cause du caractère hydrophile des fibres de cellulose, ce qui pourrait fausser les résultats de densité obtenus par pesée hydrostatique dans de l'eau. Ainsi la densité des composites a été déterminée à la fois par pesée hydrostatique dans de l'eau et dans de l'éthanol, et par pesée directe avec mesure du volume par un pied à coulisse. Afin de mesurer l'épaisseur des composites stratifiés au contact malgré la rugosité de surface, l'épaisseur est mesurée aux quatre angles des spécimens, en évitant les zones de creux et les aspérités créées par exemple par les fils de trame, puis moyennée. La densité des échantillons a été mesurée par pesée hydrostatique avec une balance 573 Kern, et la densité a été calculée suivant l'équation (Eq 2.1).

$$\rho_{comp} = \rho_{air} + \frac{M_{air}}{M_{air} - M_{liq}} \cdot (\rho_{liq} - \rho_{air}) \qquad \text{(Eq 2.1)}$$

avec M_{air} et M_{liq} la masse mesurée du composite respectivement dans l'air et dans le liquide, ρ_{comp} et ρ_{liq} la densité du composite et du liquide. La densité à environ 20°C de l'eau est prise égale à 998.3 kg/m3 et 789,0 kg/m3 pour l'éthanol à 93.4% wt.

Afin de comparer ces méthodes de mesure, 4 des composites réalisés au cours de cette étude ont été caractérisés, avec à chaque fois 3 échantillons mesurés. Le composite Lin UD220-x3 T1 représente le composite témoin, dont la technique de mise en œuvre a été appliquée sur la plupart des composites. Les composites Lin UD220-x3 T3 et Verre V300-x3 T1 ont été réalisés de la même façon que le témoin Lin T1. Le composite Lin UD220-x3 T2 a fait l'objet d'une couche de fermeture avec la résine Epx TFC plus épaisse.

Tableau 26 : Valeurs de densité obtenues pour 4 composites avec les différentes méthodes de mesure.

	Densité par pesée hydrostatique - eau	Densité par pesée hydrostatique - éthanol	Densité par pesée directe
Lin UD220-x3 T1	1.13±0.05	1.17±0.05	1.15±0.03
Lin UD220-x3 T2	1.14±0.10	1.19±0.07	1.17 ±0.01
Lin UD220-x3 T3	1.12±0.05	1.17±0.15	1.16 ±0.02
Verre V300-x3 T1	1.36±0.15	1.41±0.05	1.39 ±0.02

La mesure de densité par pesée hydrostatique dans l'eau donne des résultats un peu inférieurs à ceux obtenus par pesée dans l'éthanol, ce qui corrobore l'idée d'un léger gonflement du composite dans l'eau. Les mesures par pesée directe sont finalement plus reproductibles que prévues et donnent des résultats tout à fait cohérents avec ceux obtenus dans l'éthanol. Par souci de facilité la densité des composites sera donc déterminée par pesée directe.

- **Calculs de la porosité**

La fraction volumique de la porosité est ensuite calculée en utilisant l'équation (Eq 2.2) proposée par Scida et al. (2013) :

$$v_p = 1 - \frac{\rho_{comp}}{\rho_m} + \frac{n^p \cdot \rho_f^s}{h^p} \cdot \left(\frac{1}{\rho_m} - \frac{1}{\rho_f} \right) \qquad \text{(Eq 2.2)}$$

Où ρ_{comp}, ρ_m et ρ_f sont respectivement la densité de la masse du composite, de la matrice et des fibres sèches; ρ^s_f est la densité surfacique du tissu sec et n^p est le nombre de couches. La valeur de la densité des fibres de lin utilisée est celle mesurée par Baley, ρ_f = 1.54 (Baley 2012) et pour les fibres de verre une valeur moyenne de ρ_v = 2.50 est définie.

L'utilisation de cette formule nécessite la connaissance de la densité de la matrice époxy. Or dans le cas des composites stratifiés au contact deux résines distinctes sont employées, la résine d'imprégnation des fibres Eponal 342 de densité ρ_{E342} = 1.06 et la résine plus visqueuse Epx TFC de densité ρ_{TFC} = 1.25. Il est donc nécessaire de déterminer la quantité relative de chaque résine employée afin d'avoir accès à la densité réelle de la matrice polymère.

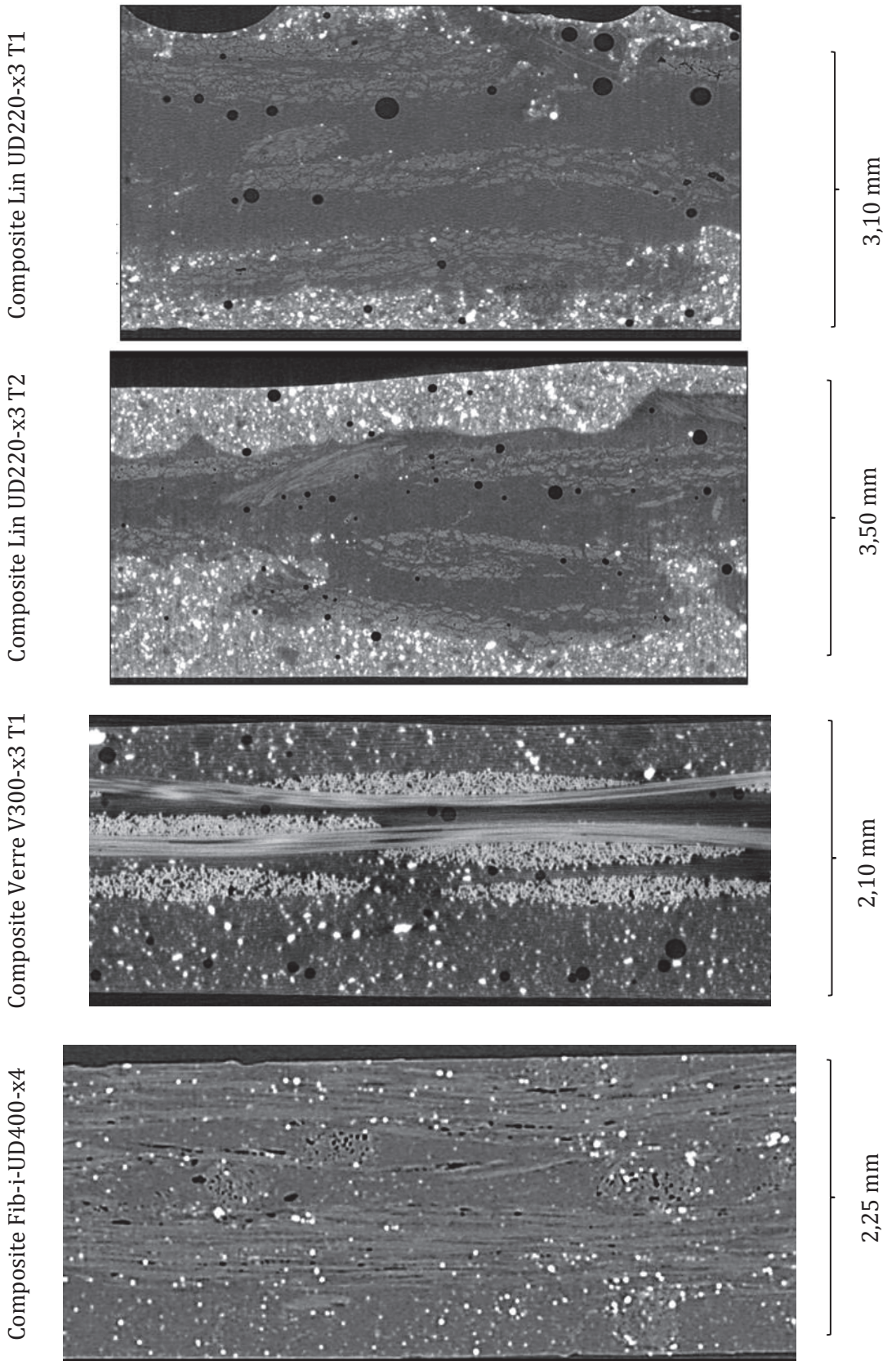


Figure 57 : Observation des composites au tomographe.

- **Observations au tomographe**

Une sélection de composites étudiés dans le cadre de ces travaux a été observée au tomographe. Les observations ont été réalisées sur un tomographe à l'Institut MATEIS de l'INSA de Lyon avec des échantillons de 1 cm x 1 cm. L'analyse des images du tomographe permet de reconstruire le composite en son volume et de visualiser la répartition des fibres, de la porosité et des résines.

La Figure 58 représente des images issues de l'observation au tomographe de chacun des composites Lin UD220-x3 T1, Lin UD220-x3 T2, Verre V300-x3 T1 et Lin préfabriqué UD400-x4. Les fibres de verre apparaissent bien plus clairement que les fibres de lin en conséquence de leur nature chimique bien distincte de la matrice polymère. Pour les composites stratifiés au contact, les deux résines employées se distinguent par la présence dans la résine Epx TFC de charges qui apparaissent en blanc sur les images du tomographe. Ces charges de nature certainement minérales apportent à la matrice sa viscosité. La limite entre les deux résines n'est pas toujours bien nette, ce qui confirme encore une fois leur bonne compatibilité. De plus il apparait que la résine Epx TFC utilisée comme couche de collage sur le support béton et comme couche de fermeture se mêle par endroit aux fibres, ce qui complique la détermination du pourcentage de chacune des résines.

Toutefois il apparait que à part pour le composite UD220-x3 T2 avec une couche de fermeture plus épaisse, l'épaisseur de résine Epx TFC est relativement constante à environ 1,0mm. Cette épaisseur sera donc retenue pour les calculs du pourcentage de résine Epx TFC des composites stratifiés au contact.

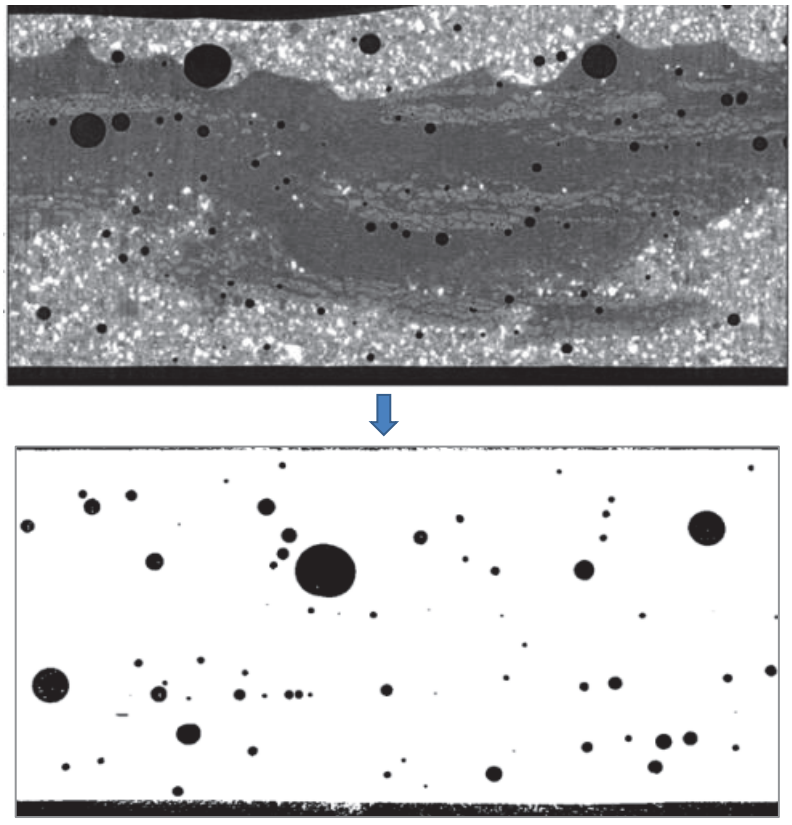


Figure 58 : Schéma de l'exploitation par Image J d'une image afin d'avoir accès à la porosité interne du matériau.

Les porosités apparaissent sur les images en noir. Pour les composites stratifiés au contact, les porosités sont de tailles variables allant jusqu'à parfois plusieurs millimètres de diamètre ou de long et se situent principalement le long des faisceaux de fibres et dans la matrice visqueuse Epx TFC. Pour le composite thermo-compressé, les porosités sont accumulées entre les fibres des faisceaux de lin. L'exploitation des images sur Image J permet de plus par calcul cumulatif sur chacune des images de calculer le taux de porosité au sein des échantillons observés.

Sur les 4 composites sélectionnés, les valeurs de porosité obtenues par calcul issues de la densité et par exploitation des images de tomographie ont pu être comparées.

Tableau 27 : Comparaison des valeurs de porosité obtenues par calculs de densité et par tomographie.

	Densité par pesée directe	Taux de résine Epx TFC	Porosité calculée à partir de la densité	Porosité mesurée à partir des images tomographe
Lin UD220-x3 T1	1.17	30 %	1.5 %	~ 2 %
Lin UD220-x3 T2	1.17	50 %	2.5 %	~ 2%
Verre V300-x3 T1	1.39	65 %	2.8 %	~ 3 %
Lin préfabriqué UD400-x4	1.30	-	2.3 %	~ 2.5 %

Manifestement les valeurs de porosité obtenues par le calcul issu de la densité sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par exploitation des images du tomographe. La méthode de calcul de la porosité sera donc retenue pour la suite des essais.

Bilan sur la densité et porosité :

⟶ La densité est déterminée par pesée directe et mesure du volume par un pied à coulisse.

⟶ La porosité est calculée à partir de la formule de Scida et al. (2012) en considérant une épaisseur de résine Epx TFC approximativement constante pour toutes les plaques stratifiées au contact sauf indication contraire comme avec la série UD220-x3 avec une couche de fermeture plus épaisse.

⟶ Les valeurs de contraintes et de modules sont calculées systématiquement avec l'aire réelle et l'aire "nette" des éprouvettes.

⟶ Deux modules distincts sont calculés, E_1 entre 0-0.1% et E_2 entre 0.3-0.5% de déformations.

2.2 Analyse des propriétés mécaniques des composites PRF lin en traction

La caractérisation mécanique du composite à fibres de lin a pour but de déterminer les propriétés mécaniques moyennes atteignables avec une mise en œuvre par stratification au contact.

Dans un premier temps la reproductibilité des essais est analysée sur variation des propriétés pour une même configuration. L'analyse de la reproductibilité permet de déterminer la représentativité des valeurs et le nombre d'éprouvettes nécessaires pour obtenir une valeur moyenne représentative.

Ensuite une campagne d'essai de caractérisation en traction est menée sur des composites avec différents tissus de lin unidirectionnels et bidirectionnels, avec un nombre de plis allant de 1 à 5.

2.2.1 Reproductibilité des essais de traction sur composite stratifié au contact

Au cours de cette étude de nombreuses éprouvettes ont été testées. Pour des raisons de place, de disponibilité des matériaux, de temps de mise en œuvre et d'organisation du travail, les plaques composites n'ont pas pu toutes être réalisées le même jour. Les conditions de mise en œuvre varient nécessairement légèrement lors de la fabrication de chaque série au niveau de différents paramètres :

- la température et l'humidité de mise en œuvre, en fonction de la saison principalement ;
- la qualité des résines, malgré une attention particulière à la pesée et au mélange des composants, peut varier de par la durée d'ouverture des pots utilisés, les imprécisions de pesée, la quantité de bulles d'air ;
- la quantité relative des différents composants, de par la fabrication artisanale, qui conduit malgré l'effort de l'opérateur à des variations d'épaisseurs des résines.

Pour chaque série une plaque « témoin » est caractérisée afin de servir de référence pour les différents calculs. La combinaison la plus exploitée lors de cette étude est le composite réalisé avec 3 couches de lin UD 220 g/m^2 (UD220-x3) associé aux résines Eponal 342/Epx TFC. Au total, 5 séries de ce composite ont été réalisées. Une analyse de la répartition des propriétés mécaniques des plaques témoins du composites UD220-x3 permet de visualiser la variabilité des valeurs et de se rendre compte de l'incertitude à prendre en compte lors de l'analyse des résultats. Pour chaque plaque témoin, 4 éprouvettes ont pu être testées.

Tableau 28 : Résultats des essais de traction des composites lin UD220-x3 stratifié au contact.

a)	Epaisseur (mm)	Taux porosité V_f (%)	Effort tensile, ξu (kN/cm)		Contrainte réelle (MPa)		Contrainte nette (MPa)	
Lin UD220-x3 T1	3.2	2.0	2.90	±0.33	90	±15	197	±22
Lin UD220-x3 T2	3.5	2.7	2.74	±0.54	75	±16	179	±37
Lin UD220-x3 T3	3.3	2.3	2.81	±0.40	81	±11	191	±27
Lin UD220-x3 T4	3.3	3.1	2.61	±0.31	81	±8	178	±21
Lin UD220-x3 T5	3.1	2.2	2.55	±0.18	82	±6	174	±12
Moyenne	**3.3**	**2.5**	**2.68**	±0.20	**80**	±7	**181**	±14

b)	Module E1 net (GPa)		Module E2 net (GPa)		Module E1 réel (GPa)		Module E2 réel (GPa)		Déformation (%)	
Lin UD220-x3 T1	23.7	±1.3	15.0	±0.7	10.9	±0.6	6.9	±0.3	1.3	±0.1
Lin UD220-x3 T2	21.7	±1.6	14.1	±0.9	9.1	±0.7	5.9	±0.4	1.2	±0.2
Lin UD220-x3 T3	19.8	±4.7	14.3	±3.3	8.8	±2.2	6.4	±1.5	1.3	±0.2
Lin UD220-x3 T4	17.9	±1.2	13.0	±0.8	8.1	±0.5	5.9	±0.3	1.4	±0.2
Lin UD220-x3 T5	19.3	±1.4	14.2	±1.0	9.2	±0.7	6.7	±0.5	1.3	±0.1
Moyenne	**20.1**	±2.9	**13.9**	±1.1	**9.0**	±1.3	**6.2**	±0.6	**1.3**	±0.1

Le tracé des courbes de contrainte-déformation tend à mettre en évidence l'existence de deux populations de courbes qui se distinguent par leur pente dans la deuxième partie de courbe. Cette observation pourrait s'expliquer par la méthode d'homogénéisation des tissus de lin. Le lin étant un matériau végétal sujet aux variations naturelles, les producteurs se doivent de mélanger des lots de lin de différentes récoltes, provenant de différentes espèces, de différents lieux et parfois de différentes années afin d'obtenir un tissu de lin de propriétés constantes au cours des années. Les éprouvettes font 2.5 cm de large ce qui correspond à environ 3.5 brins de lin dans la largeur par pli de lin, soit ici 10 brins. Bien qu'il est attendu que les propriétés individuelles des brins de tissus soient gommées dans une moyenne, il est envisageable que selon la présence d'un lot de faibles propriétés qui induit des valeurs de module plus faibles, les propriétés des éprouvettes basculent entre les deux populations.

Les propriétés mécaniques des composites Lin UD220 (x3) varient d'une plaque à l'autre avec un écart maximal de 15% sur les contraintes et l'effort tensile, et de 25% sur les modules. Toutefois cet écart est à relativiser en considérant l'écart type des valeurs obtenues à partir d'une même plaque, qui est à peu près égal à l'écart observé aux moyennes des valeurs entre les plaques.

Le taux de porosité ne semble pas être corrélé avec l'épaisseur finale du composite. La qualité de la préparation du support, de l'imprégnation des fibres, du marouflage influent directement sur le taux de porosité et sont des facteurs difficilement reproductibles à l'identique lors d'une mise en œuvre par stratification au contact.

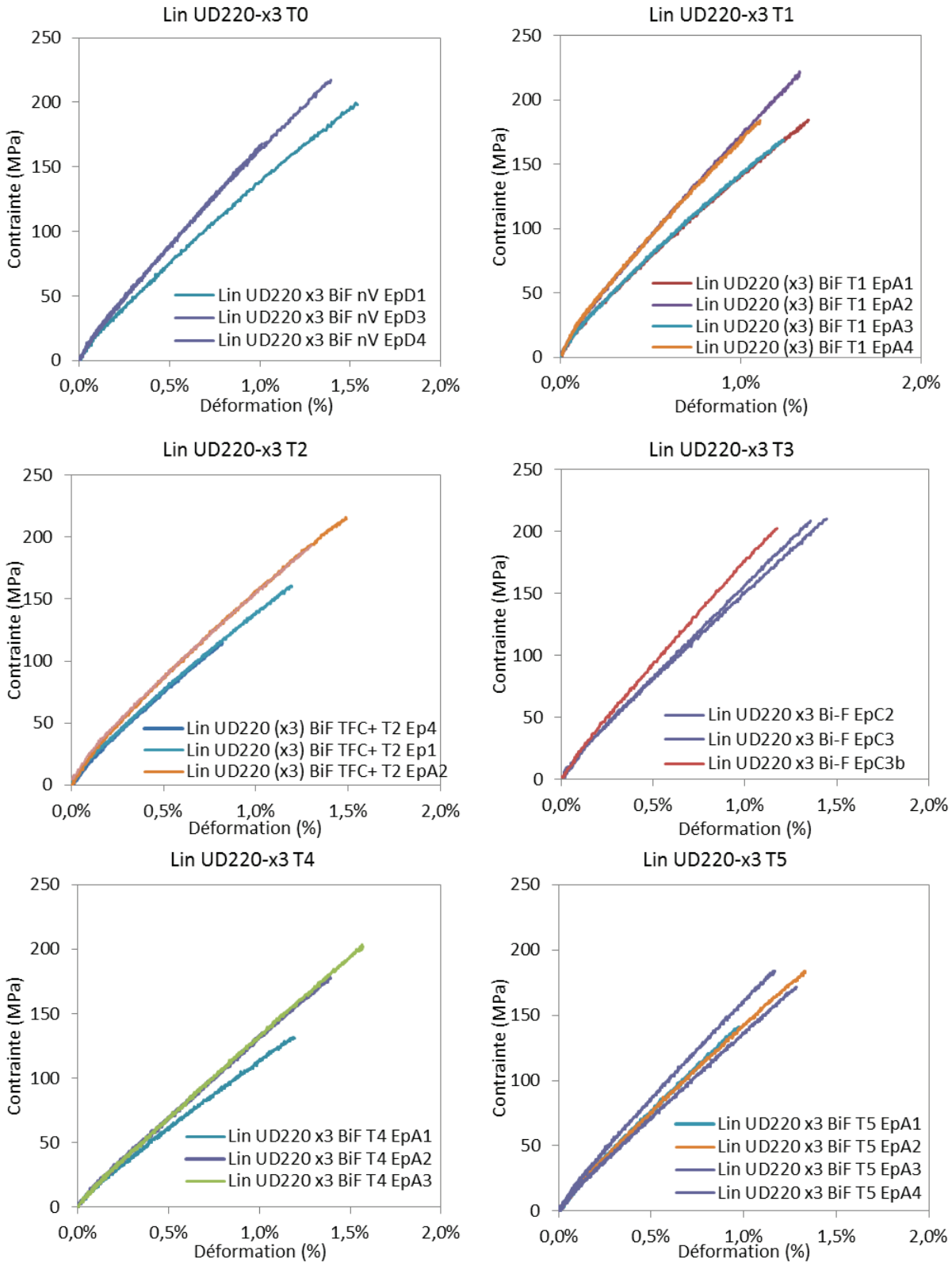


Figure 59 : Courbes de traction contrainte nette-déformation des composites Lin UD220-x3 témoins.

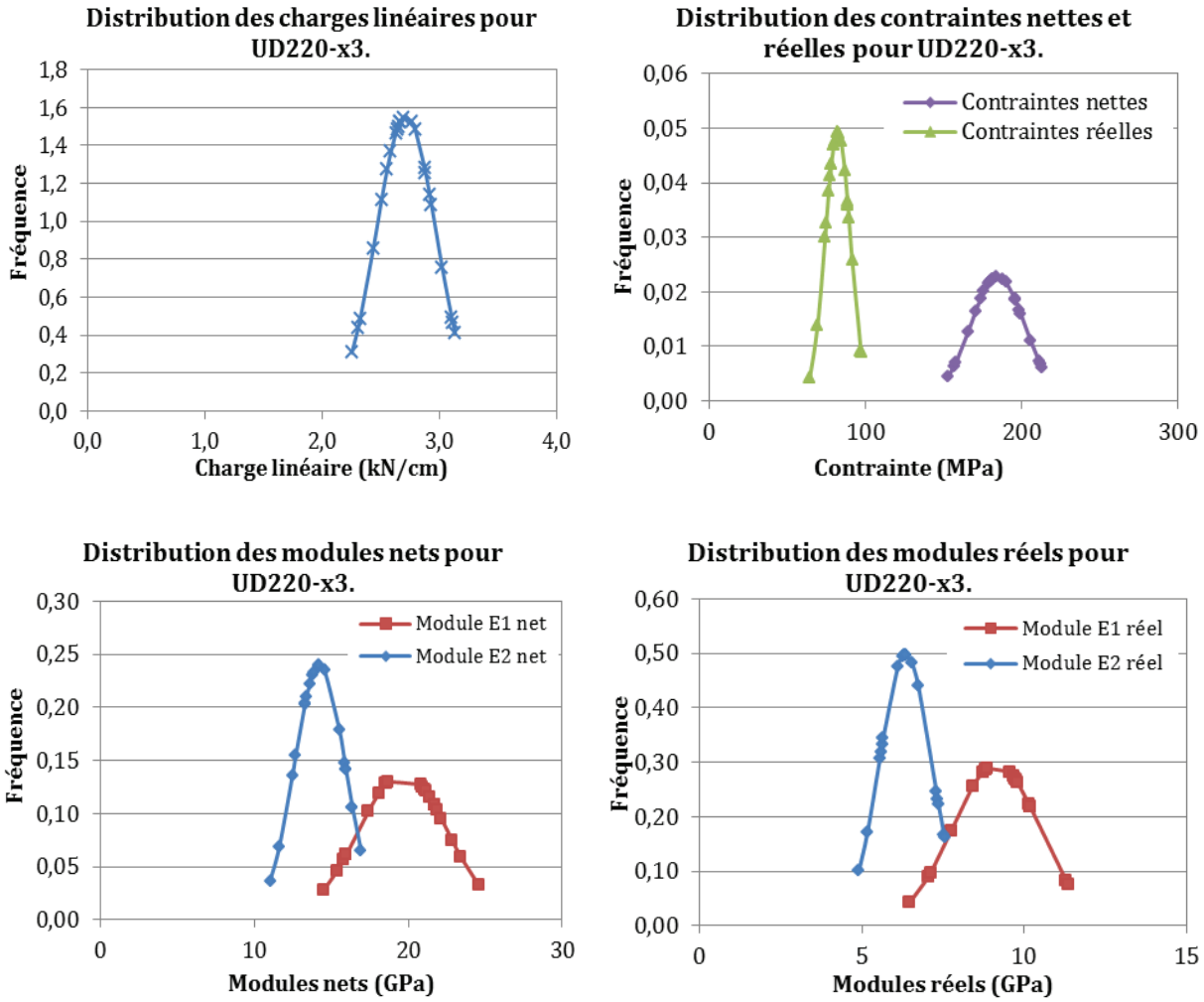


Figure 60 : Distribution des valeurs des propriétés mécaniques des composites Lin UD220-x3.

Les distributions des fréquences des valeurs pour les différentes propriétés mécaniques sont rassemblées dans la Figure 60. La largeur à mi-hauteur des pics de distribution des fréquences relativisés à la médiane des valeurs sont globalement les mêmes pour les modules calculés à partir des aires nettes et réelles.

Lors du dimensionnement des renforcements, les calculs ne sont pas menés avec des valeurs moyennes mais avec des valeurs caractéristiques. Ces valeurs caractéristiques sont des valeurs sécurisées correspondant à la valeur moyenne moins un certain nombre de fois l'écart-type usuel. Ici il apparait que sur toutes les valeurs des 5 plaques, la valeur minimale des propriétés observées sur une éprouvette correspond à la moyenne moins 2 fois l'écart-type.

Bilan sur la reproductibilité des valeurs :

La caractérisation mécanique de 5 plaques composites stratifiés au contact avec 3 plis de lin 220 g/m^2 met en évidence que :

⟶ L'écart entre les plaques semble être dû à la qualité de la mise en œuvre (marouflage, imprégnation des fibres), plus qu'à la variation de l'épaisseur de résine.

⟶ L'écart type des valeurs obtenues à partir d'une même plaque est à peu près égal à l'écart observé entre les moyennes des valeurs des différentes plaques.

⟶ La valeur minimale de chaque propriété correspond à la moyenne de toutes les plaques moins 2 fois l'écart-type.

En conséquence les essais de caractérisation menés sur une seule plaque apportent déjà une information pertinente sur les propriétés mécaniques du composite et permettent de calculer une moyenne représentative à un écart-type près.

La valeur caractéristique des propriétés mesurée sur un faible nombre d'échantillon devrait être calculée selon l'équation 2.3 identique à celle préconisée par l'ACI-440 :

$$\sigma_{caractéristique} = \bar{\sigma} \cdot (1 - 3\Delta\sigma) \qquad \text{(Eq 2.3)}$$

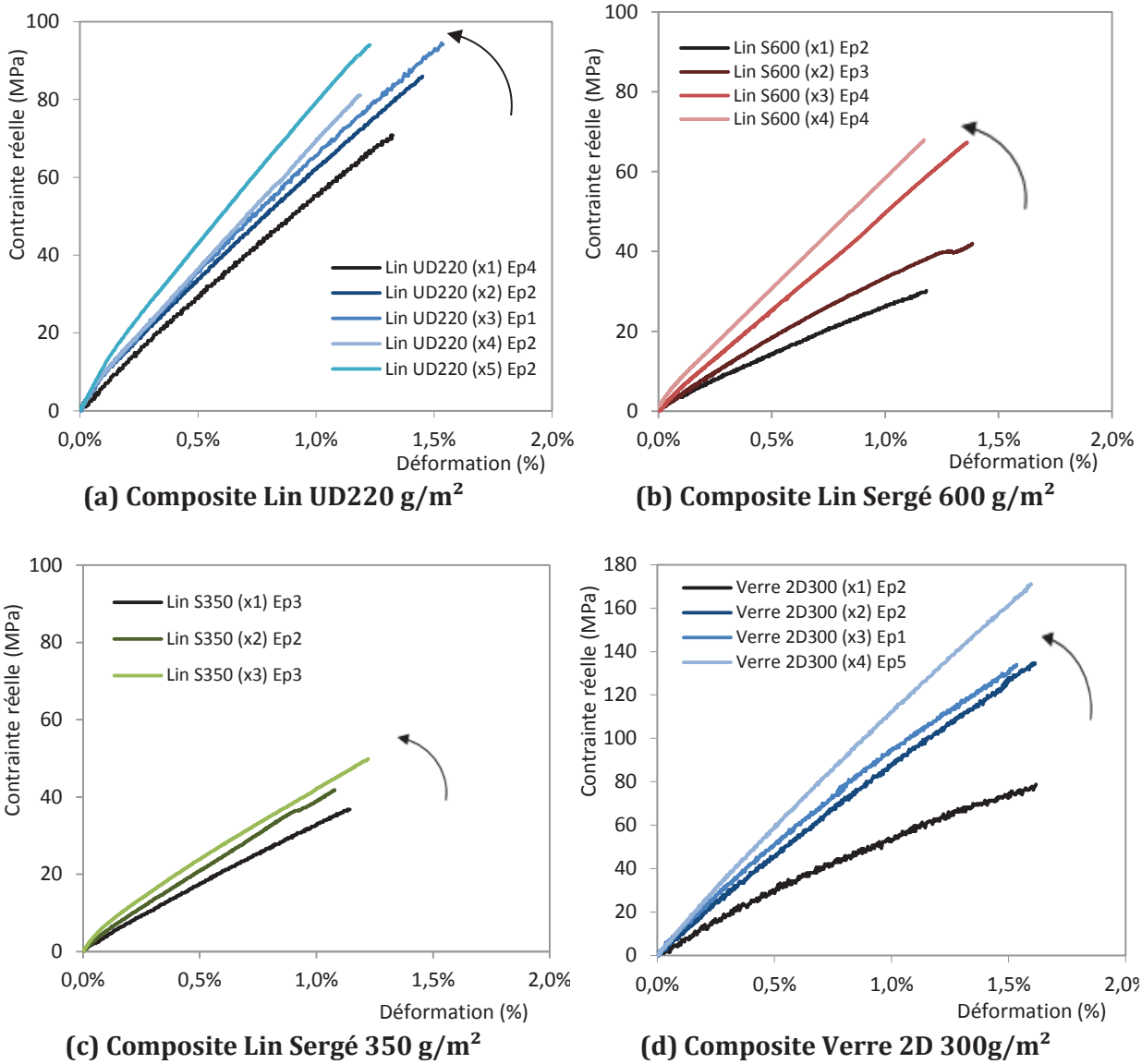
2.2.2 Influence du tissu de renfort sur les propriétés du composite stratifié au contact

Dans les calculs de dimensionnement du renforcement par collage extérieur, les composites de renfort sont habituellement utilisés comme des matériaux homogènes, dont les propriétés sont considérées constantes que l'on considère un ou plusieurs plis. Dans les faits, rarement plus de 3 couches de tissus sont utilisés pour des raisons à la fois de cohésion interne et de transmission de l'effort aux plis supérieurs, mais aussi par souci de facilité d'application. L'ingénieur privilégiera dans ce cas d'utiliser un renforcement plus performant ou un tissu avec un grammage initial plus élevé.

Nous allons dans cette partie considérer l'évolution des propriétés mécaniques du composite stratifié au contact en fonction du nombre de plis et comparer les résultats obtenus avec les différents tissus de renfort. Des plaques composites ont été réalisées avec les tissus de lin UD 220g/m^2, Sergé 350 g/m^2 et Sergé 600 g/m^2 ainsi qu'avec le tissu de verre 2D 300 g/m^2, en faisant varier le nombre de plis de 1 à 4. Les composites sont ensuite caractérisés en traction comme décrit précédemment. Les résultats expérimentaux sont résumés dans le Tableau 29 et les courbes de traction sont présentées en Figure 61.

Tableau 29 : Résultats des essais de traction avec les différents composites stratifiés au contact testés en traction longitudinale. (Courbes de traction en Annexe 1)

Tissu	Plis	Epaisseur (mm)	V^f (%)	V^p (%)	E_1 réel (GPa)	E_2 réel (GPa)	σ_u réel (MPa)	E_1 net (GPa)	E_2 net (GPa)	σ_u nette (MPa)	ξ_u (kN/cm)	ε_u (%)
Lin Sergé 350 g/m²	1	2.43	15	2	4.5 ± 0.7	3.2 ± 0.2	35 ± 3	21.9 ± 3.5	16.6 ± 0.8	172 ± 9	0.84 ± 0.09	1.0 ± 0.1
	2	3.23	16	5	6.2 ± 0.6	3.9 ± 0.1	46 ± 4	20.3 ± 2.0	12.7 ± 0.5	155 ± 10	1.46 ± 0.10	1.2 ± 0.1
	3	4.40	18	7	7.2 ± 0.7	4.2 ± 0.3	56 ± 7	21.4 ± 2.2	12.5 ± 0.8	170 ± 23	2.47 ± 0.35	1.3 ± 0.1
Lin Sergé 600 g/m²	1	2.60	16	4	5.2 ± 1.2	3.2 ± 0.4	31 ± 3	21.4 ± 5.4	13.3 ± 2.1	133 ± 10	0.83 ± 0.10	1.0 ± 0.2
	2	4.18	19	5	7.2 ± 2.9	4.3 ± 1.0	48 ± 7	24.1 ± 9.6	14.5 ± 3.3	157 ± 20	1.98 ± 0.30	1.1 ± 0.5
	3	5.53	25	9	6.5 ± 0.4	5.2 ± 0.5	62 ± 4	19.4 ± 1.2	15.4 ± 1.3	175 ± 10	3.42 ± 0.20	1.2 ± 0.3
	4	5.82	28	7	8.2 ± 0.2	5.6 ± 0.5	68 ± 3	19.0 ± 0.6	13.0 ± 1.0	156 ± 8	3.90 ± 0.20	1.2 ± 0.1
Lin UD 220 g/m²	1	1.47	11	3	6.2 ± 0.4	4.7 ± 0.5	65 ± 6	18.8 ± 1.4	14.0 ± 1.5	190 ± 12	0.95 ± 0.10	1.4 ± 0.1
	2	2.10	14	2.5	9.4 ± 0.8	6.1 ± 0.6	75± 22	20.0 ± 1.8	13.0 ± 1.3	171 ± 30	1.70 ± 0.30	1.3 ± 0.1
	3	3.05	15	2.5	8.3 ± 0.9	6.0 ± 0.4	83 ± 20	17.5 ± 1.9	12.1 ± 1.0	170 ± 33	2.52 ± 0.22	1.4 ± 0.2
	4	3.68	15	5	9.1 ± 1.0	6.1 ± 0.6	81 ± 15	16.9 ± 1.8	11.6 ± 1.2	150 ± 20	2.92 ± 0.44	1.3 ± 0.1
	5	4.60	17	5	10.4 ± 1.0	6.9 ± 0.6	90± 13	19.5 ± 1.8	12.8 ± 1.3	150 ± 22	3.64 ± 0.50	1.2 ± 0.1
Verre 2D 300 g/m²	1	1.00	15	2	9.0 ± 0.5	-	93 ± 7	27.7 ± 1.9	-	370 ± 27	0.93 ± 0.07	1.8 ± 0.1
	2	1.53	24	2.5	10.0 ± 0.6	-	115± 28	30.4 ± 0.9	-	400± 50	2.50± 0.30	1.4 ± 0.1
	3	2.10	30	3	11.9 ± 0.8	-	170± 13	27.2 ± 1.9	-	400 ± 17	3.17 ± 0.22	1.8 ± 0.2
	4	2.40	33	3.5	12.1± 0.2	-	200± 10	29.6 ± 0.6	-	520 ± 28	5.34 ± 0.29	2.2 ± 0.1



(a) Composite Lin UD220 g/m² **(b) Composite Lin Sergé 600 g/m²**

(c) Composite Lin Sergé 350 g/m² **(d) Composite Verre 2D 300g/m²**

Figure 61: Courbes de traction contrainte réelle-déformation des composites avec un nombre de couche de tissu de 1 à 5.

Les courbes de traction sont dispersées comme dans la Figure 59 de telle sorte que la représentation sur un même graphique de toutes les courbes obtenues devient illisible. Certaines courbes avec 3 plis superposent les courbes à 4 ou 2 plis. Pour cette raison dans la Figure 61 sont représentées dans chaque graphique une courbe médiane des essais de traction pour chaque nombre de plis considéré.

- **Taux volumique des fibres et de la porosité**

Il apparaît que le pourcentage volumique de fibres augmente de 15% à 30% selon les tissus avec le nombre de plis de 1 à 5. Le pourcentage de porosité augmente de même avec le nombre de plis. La proportion de la couche de liaison de résine épaisse Epx TFC diminue par rapport à l'ensemble du composite avec l'augmentation du nombre de plis, ce qui peut expliquer l'augmentation du pourcentage de fibres. De plus l'augmentation parallèle de la porosité et du pourcentage de fibres soutient l'hypothèse que la porosité du composite est principalement

concentrée le long et à l'intérieur des faisceaux de fibres comme cela avait été mis en évidence par les observations au tomographe. L'évolution de la déformation à rupture semble indépendante du nombre de plis, du pourcentage de fibre ou même de la porosité. Aucune tendance générale ne peut être déterminée.

Les composites fabriqués avec les tissus bidirectionnels ont un taux de fibres globalement plus élevé que le composite avec le tissu unidirectionnel. Cette constatation découle logiquement du fait du maillage plus dense des tissus bidirectionnels. De plus les composites S600 présentent des charges linéaires à rupture plus élevées que les composites avec les tissus UD220 et Sergé 350. Ces observations confirment l'intérêt d'utiliser des grammages plus importants, qui permettent de minimiser le nombre de plis. Toutefois la charge linéaire à rupture des composites bidirectionnels est nettement plus faible à grammage égal. En effet seules les fibres dans la direction de la traction participent activement aux propriétés des composites, dans notre cas, environ 50% des fibres.

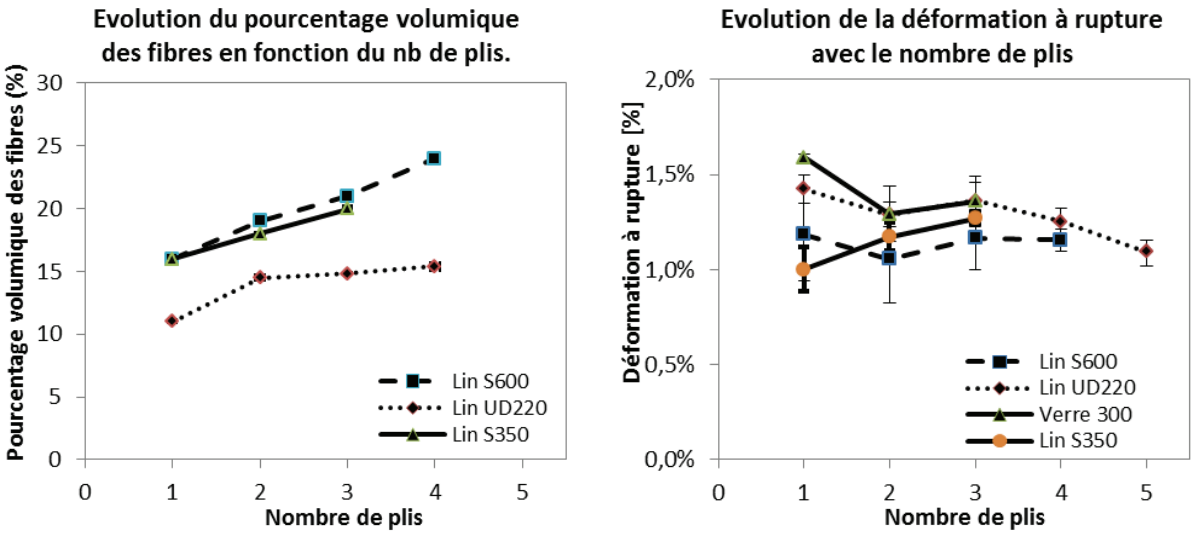


Figure 62 : Evolution du pourcentage volumique des fibres et de la déformation à rupture des composites en fonction du nombre de plis de renfort.

- **Evolution des propriétés mécaniques**

Au niveau des modules et des contraintes, une évolution clairement différente distingue les valeurs "nettes" obtenues en utilisant l'épaisseur des fibres sèches multipliée par le nombre de plis, et les valeurs "réelles" calculées à partir de l'épaisseur effective des composites. La Figure 63 présente les valeurs des contraintes nettes et réelles, ainsi que les modules E_1 et E_2 en fonction du nombre de plis.

Les valeurs "réelles" de contrainte et de modules augmentent avec le nombre de plis. Or d'après diverses publications sur les composites naturels (Coroller 2013, Poilâne 2014) les propriétés mécaniques des composites seraient proportionnels au pourcentage de fibres. Le tracé en Figure 64 représente l'évolution des contraintes et modules réels en fonction du pourcentage volumique des fibres calculé comme expliqué précédemment en paragraphe II 2.1.4.

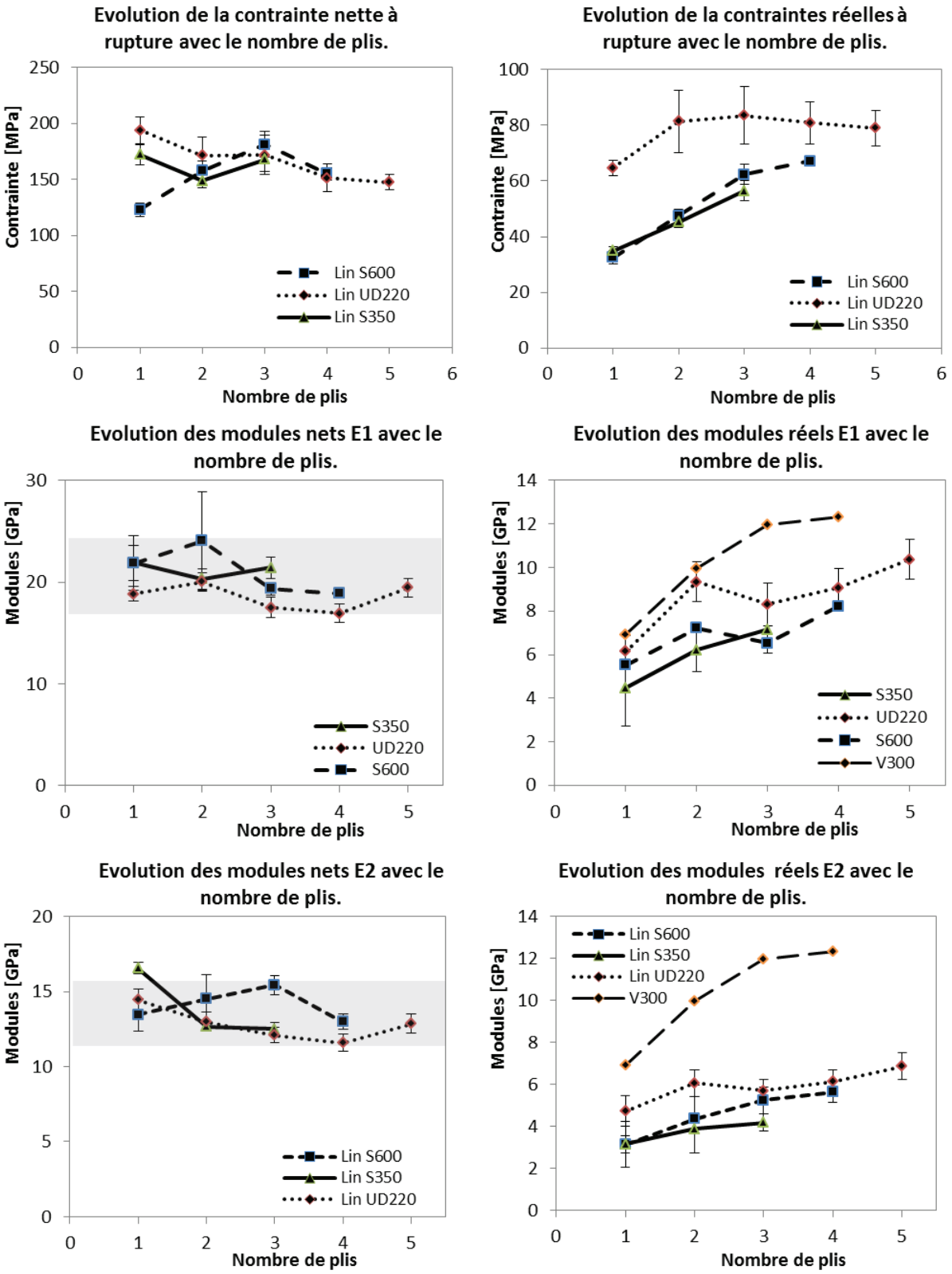


Figure 63 : Evolution des propriétés mécaniques des composites avec le nombre de plis.

Les courbes obtenues avec les contraintes et le module E2 sont bien quasi-linéaires, ce qui confirme la relation de proportionnalité entre la contrainte et le pourcentage de fibre. Pour le module initial E_1, cette proportionnalité ne parait pas tout à fait suivie. Sachant que les différentes études se rejoignent sur l'origine de cette partie initiale comme étant le résultat du

réalignement des fibrilles de lin et de la restructuration de fibres de cellulose internes, la non proportionnalité du module avec le taux de fibres peut sembler quelque peu logique vu la complexité des phénomènes mis en jeux. En conséquence il est possible d'envisager d'appliquer une loi des mélanges afin de prédire les valeurs de contrainte et de module E_2 du composite.

Au contraire, les valeurs "nettes" de contrainte et de modules apparaissent relativement constantes avec le nombre de plis. Les variations entre les valeurs sont à mettre en relation avec la reproductibilité des essais précédemment discutées. En effet les écarts entre les différents plis sont de l'ordre des écarts qui avaient été observés lors de la caractérisation des plaques successives. La méthode de calcul de l'aire de travail lors des essais de traction conduit donc bien à calculer des propriétés relativement constantes que l'on considère un ou plusieurs plis, et permet de considérer des valeurs uniques pour les calculs de dimensionnement de renforcement de structure.

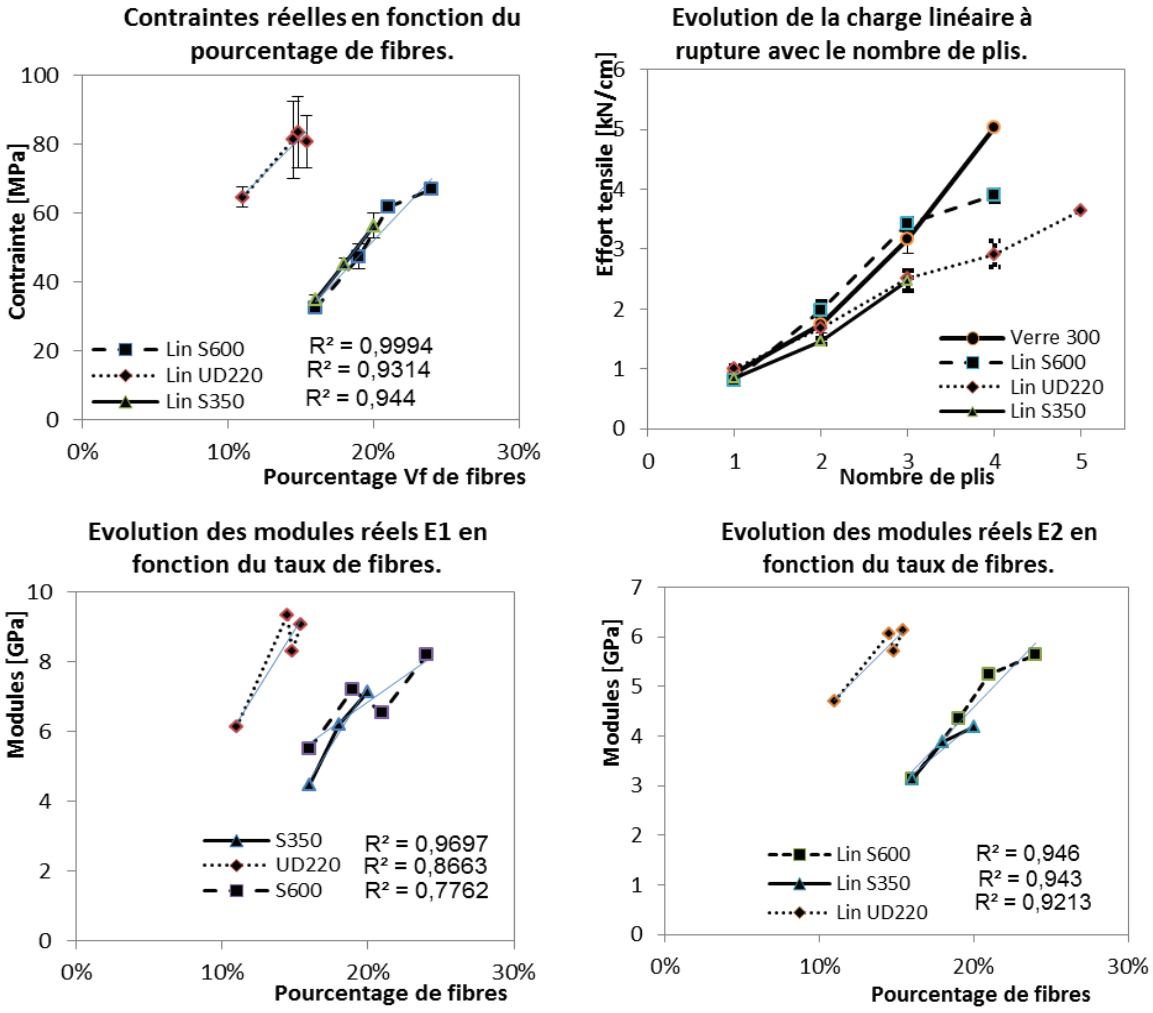


Figure 64 : Evolution des contraintes et modules réels en fonction du taux de fibres, et évolution de la charge linéaire en fonction du nombre de plis.

- **Comparaison avec le composite à fibres de verre**

Une autre donnée intéressante à considérer est l'effort tensile à rupture. Comme représenté en Figure 64 l'évolution de la charge linéaire en fonction du nombre de plis croit de façon

relativement linéaire pour tous les tissus considérés. Cette constatation suggère que l'effort est bien transmis à tous les plis et que le matériau travaille de façon cohésive.

Cette donnée est une information plus "propre" car moins soumise aux aléas des calculs et donne donc un renseignement précieux pour comparer les performances. Bien que les contraintes et les modules calculés pour le composite à fibres de verre soient plus élevés que pour les tissus à fibres de lin, les efforts tensiles à rupture sont comparables. Ainsi l'effort maximal que les composites lin et verre peuvent reprendre par largeur de bande est comparable. De même les modules "réels" des composites verre ont des valeurs comparables aux modules E_1 "réels" des composites lin. Les propriétés mécaniques supérieures du composite verre seraient en conséquence surtout dues à la différence d'épaisseur du tissu de verre, les fibres de verre étant plus denses que les fibres de lin.

Bilan sur l'influence du nombre de plis et du choix du tissage :

⟶ Le taux volumique de fibres augmente de 15% à 30% avec le nombre de couches de 1 à 5.

⟶ L'effort tensile augmente proportionnellement avec le nombre de plis, soulignant la cohésion du matériau dont tous les plis participent à l'effort.

⟶ A taux de fibres égal, le tissu de lin unidirectionnel donne des propriétés mécaniques plus élevées que les tissus de lin sergés bidirectionnels, puisque seule la moitié des fibres participent à l'effort. Le tissu unidirectionnel sera privilégié par la suite.

⟶ La dispersion des valeurs est légèrement plus faible avec le tissu de verre ($\Delta\sigma_{verre}$ = 7%, ΔE_{verre} = 6%) qu'avec les tissus de lin ($\Delta\sigma_{lin}$ = 15%, ΔE_{lin} = 10%).

⟶ Si les propriétés "nettes" du composite à renfort de verre sont bien plus élevées à celles des composites à renfort de fibres de lin ; les propriétés "réelles" et la charge linéaire à rupture sont du même ordre de grandeur. L'effort repris par le composite pour une largeur donnée est donc du même ordre de grandeur, et le composite à renfort de verre pourra bien être utilisé comme comparatif dans l'évolution des propriétés mécaniques au cours de cette étude.

⟶ Les propriétés mécaniques, contrainte et modules, calculés avec l'épaisseur "réelle" sont proportionnelles au taux de fibre dans le composite,

⟶ Les propriétés mécaniques calculées avec l'épaisseur "nette" restent relativement constantes à partir de 2 plis de tissu. Des valeurs des propriétés nettes moyennes du composite lin stratifié au contact peuvent donc être données indépendamment du nombre de plis :

Tableau 30 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des composites stratifiés au contact réalisés dans cette étude.

Composite	Module net E_1 (GPa)	Module net E_2 (GPa)	Contrainte nette σ_u (MPa)	Déformation (%)
Composite Lin	20 (±3)	13 (±1)	160 (±10)	1.2 (±0.1)
Composite Verre	29 (±2)	-	450 (±50)	1.8 (±0.4)

2.2.3 Analyse des propriétés des composites lin préfabriqués par thermo-compression

Le composite Lin UD440-x4 fabriqué par thermocompression est réalisé sous forme de plaques de 30 cm x 40 cm. Trois plaques ont été caractérisées. Un taux de fibres de 47,5% et un taux de porosité à 2,5% a été déterminé précisément pour les trois plaques. Pour chaque plaque 4 éprouvettes de dimension 2,5 cm x 25 cm ont été testées en traction, comme définies en partie 3.1.1. Pour le calcul des valeurs de contraintes et modules, l'épaisseur réelle des composites a été utilisée. En effet, le procédé de thermocompression permet d'obtenir des plaques d'épaisseur régulière et reproductible avec une quantité de résine contrôlée. Les courbes de contrainte-déformation sont rassemblées dans la Figure 65, et les résultats des essais de traction sont résumés dans le Tableau 31.

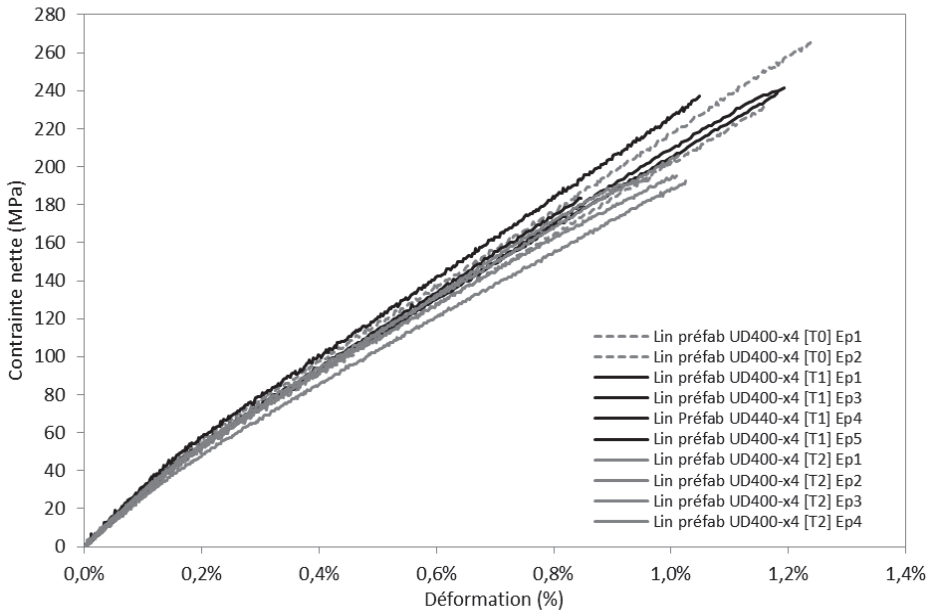


Figure 65 : Courbes de contrainte-déformation en traction des plats composite thermo-compressés.

Comme pour les composites stratifiés au contact, l'écart observé entre les plaques est inférieur à l'écart entre les valeurs d'une même plaque. Les écarts-type sur les modules et la contrainte sont inférieurs de moitié comparés aux composites stratifiés au contact ($\Delta E_{lin\ préfabriqué}$ = 4%, $\Delta\sigma_{lin\ préfabriqué}$ = 7%). Le composite préfabriqué présente une meilleure reproductibilité des propriétés que le composite stratifié au contact.

Tableau 31 : Résultats des essais de traction (propriétés nettes) du composite lin UD400-x4 fabriqué par thermocompression.

	ep (mm)	Effort tensile ξu (kN/cm)	Contrainte σ_u (MPa)	Module E_1 (GPa)	Module E_2 (GPa)	Déformation ε_u(%)
Lin préfab T1	2.25	4.82 ±0,16	230 ±10	28,3 ±1,0	19.0 ±0.5	1.2 ±0.1
Lin préfab T2	2.25	4.95 ±0.26	223 ±15	28.5 ±0.6	19.3 ±0.4	1.2 ±0.2
Lin préfab T3	2.30	4.91 ±0.40	212 ±23	28.1 ±1.3	18.8 ±0.6	1.1 ±0.1

Moyenne	**2.25**	**4,89**	±0,06	**222**	±10	**28,3**	±0,3	**19,0**	±0,3	**1,2**	±0,1

Les valeurs de contrainte et de modules sont beaucoup plus élevées de 25-50% que les valeurs nettes mesurées avec les composites stratifiés au contact. Toutefois les valeurs sont encore très loin des propriétés usuelles des plats pultrudés du commerce, qui ne sont habituellement réalisés qu'avec des fibres de carbone.

Tableau 32 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques nettes du composite à fibres de lin préfabriqué par thermocompression.

Composite	Effort tensile ξu (kN/cm)	Module net E_1 (GPa)	Module net E_2 (GPa)	Contrainte σ_u (MPa)	Déformation (%)
Préfabriqué Lin UD400 g/m² - x4	4.9 (±0,1)	28.3 (±1)	13 (±1)	222 (±15)	1.2 (±0,1)

2.3 Loi de comportement en traction du composite

Bien que les composites soient des matériaux hétérogènes, des propriétés moyennes peuvent être calculées à partir des propriétés des composants individuels. Dans le cas des composites à renfort unidirectionnel ces relations peuvent être simplifiées.

2.3.1 Détermination des expressions simplifiées en traction longitudinale

Selon la *loi des mélanges* la contrainte moyenne d'un matériau hétérogène peut se calculer comme la somme pondérée des contraintes de ses constituants (Berthelot 1992). Cette loi s'applique lorsque les matériaux travaillent de concert. La charge longitudinale totale appliquée en traction au composite unidirectionnel peut alors s'exprimer en fonction du taux volumique des fibres V_f et de la matrice V_m:

$$\sigma_l = \sigma_m V_m + \sigma_f V_f \qquad \text{(Eq 2.4)}$$

Lorsque le composite est soumis à un effort de traction longitudinal, une hypothèse simplificatrice consiste à supposer que la déformation est uniforme et identique dans les fibres de renfort et la matrice. Ainsi sur un élément de composite, la déformation longitudinale imposée ε_{comp} est égale à la déformation ε_f des fibres et ε_m la déformation de la matrice. En considérant que les fibres et la matrice suivent un comportement élastique, le module d'Young du composite E_l peut se retrouver avec l'expression de la loi des mélanges suivante :

$$E_l = \frac{\sigma_l}{\varepsilon_l} = E_f V_f + E_m V_m \qquad \text{(Eq 2.5)}$$

De plus dans le cas particulier des composites de renfort de cette étude, la déformation à rupture des fibres est plus grande que celle de la matrice. A priori la rupture de la matrice induira la rupture des fibres et du composite. En première approche la déformation à rupture du

composite est ainsi égale à la déformation ultime de la matrice, $\varepsilon_m=\varepsilon_{comp}$, de telle sorte que à la rupture les fibres rompent à une contrainte $\dot{\sigma_f}=\varepsilon_{m,u}.E_f$.

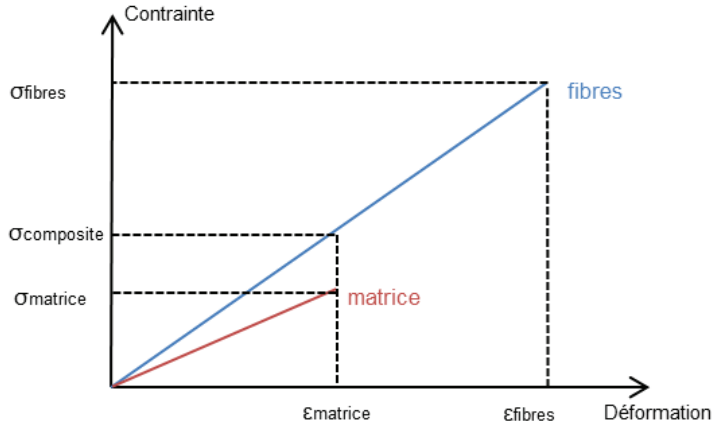


Figure 66 : Schématisation des données quand la déformation à la rupture des fibres est plus grande que celle de la matrice.

Consécutivement à cette hypothèse la contrainte à rupture du composite peut s'exprimer selon :

$$\sigma_{comp} = \sigma_{m,ult} \cdot V_m + \dot{\sigma}_f \cdot V_f = \varepsilon_{m,ult} \cdot E_m \cdot V_m + \varepsilon_{m,ult} \cdot E_f \cdot V_f$$

$$\sigma_{comp} = \sigma_{m,ult} \cdot V_m + \sigma_{m,ult} \cdot \frac{E_f}{E_m} \cdot V_f \qquad \text{(Eq 2.6)}$$

Dans leur analyse du comportement en traction de composites époxy à fibres de lin unidirectionnels fabriqués par thermocompression, Coroller et al. (2013) obtiennent des prédictions de module E_{comp} relativement justes, mais observent un écart conséquent entre les prédictions de la contrainte calculée en considérant les fibres comme élément limitant et les valeurs expérimentales. Ils proposent en conséquence d'introduire un coefficient d'efficacité k, traduisant l'efficacité du travail des fibres qui dépend de la qualité de la dispersion des fibres au sein du matériau.

$$\sigma_{comp} = \sigma_m \cdot V_m + k \cdot \sigma_f \cdot V_f \qquad \text{(Eq 2.7)}$$

Pour les espèces de lin testées dans leur étude, le coefficient k varie entre 0.50 et 0.68, et pour les fibres de verre un facteur k de valeur comparable est déterminé à 0.66.

2.3.2 Calculs prédictifs des propriétés mécaniques longitudinales

- **Hypothèses sur les propriétés des matériaux constitutifs du composite**

Pour les fibres de lin, les propriétés mécaniques des fibres après tissage en tissus Nattex® ont été retenues. En l'absence de données techniques du fabricant pour le tissu en fibres de verre, des propriétés moyennes usuelles mesurées par différents auteurs (Coroller 2013, Hamelin 2010) avec des fibres de verre E pour un usage dans les composites ont été choisies.

Les valeurs des propriétés des résines données par les fabricants de résine sont des valeurs caractéristiques garanties ne correspondant en conséquence pas aux valeurs moyennes. Les

valeurs des contraintes ont été multipliées par 1.25 afin d'obtenir des valeurs plus proches des valeurs moyennes attendues. Les valeurs des propriétés mécaniques de la matrice sont ensuite obtenues en faisant la moyenne pondérée des deux résines en considérant l'épaisseur de résine Epx TFC constante à 0.8 mm.

En l'absence de données sur la résine Epoxy utilisée, les calculs n'ont pas été menés pour les composites lin préfabriqués par thermocompression. Les calculs des prédictions des propriétés mécaniques ont été menés avec les valeurs rassemblées dans le tableau suivant.

Tableau 33 : Propriétés mécaniques des constituants de composites retenues pour les calculs de loi des mélanges sur les composites stratifiés au contact.

	Module E (GPa)	Contrainte σ_u (MPa)	Déformation à rupture ε_u(%)
Epoxy Eponal TFC	2.3	32.8	1.7
Epoxy Eponal 342	2.0	35.0	1.2
Matrice	2.1	34	1.3
Fibres de lin	32	550	1.7
Fibres de verre	70	1700	2.6

Le calcul du module du composite E_{comp} a été mené selon la loi des mélanges définie en Eq 2.4. La contrainte a été calculée à la fois avec une loi des mélanges simple (Eq 2.6) et en considérant la matrice comme élément limitant du matériau (Eq 2.7). Le facteur d'efficacité k a été calculé pour les deux formules.

$$\sigma_{comp} = \sigma_m \cdot (1 - V_f - V_p) + k \cdot \sigma_{m,ult} \cdot \frac{E_f}{E_m} \cdot V_f \qquad \text{(Eq 2.8)}$$

$$\sigma_{comp} = \sigma_m \cdot (1 - V_f - V_p) + k' \cdot \sigma_f \cdot V_f \qquad \text{(Eq 2.9)}$$

- **Application des calculs de la loi des mélanges**

Les calculs ont été menés avec les données expérimentales obtenues pour les différents composites avec un nombre de plis croissant. Les valeurs du module ont été comparées au module expérimental E_2 et la contrainte calculée sur l'aire réelle. Pour les composites renforcés par des tissus bidirectionnels seule la moitié des fibres, dans le sens longitudinal participent à l'effort, de sorte que dans les calculs le taux de fibres est divisé par deux. Les résultats des calculs sont rassemblés dans les Tableau 34 et Tableau 35.

Pour les composites à fibres de lin, le calcul surestime légèrement le module de 3% à 9%. Sur le module la loi des mélanges conduit à des résultats particulièrement justes, surtout considéré l'écart-type moyen sur les valeurs. Les hypothèses sur les propriétés des matériaux semblent donc bonnes.

Tableau 34 : Prédictions du module de Young à partir de la loi des mélanges.

Composite	V_p (%)	V_f (%)	Module réel E_2 exp (GPa)	Module E th (GPa)	Ecart Eth -E_2 exp
Lin S350-x1	2	8	3.2 ± 0.2	3.2	9%
Lin S350-x2	5	16	3.9 ± 0.1	4.2	8%
Lin S350-x3	7	18	4.2 ± 0.3	4.5	6%
Lin S600-x1	4	9	3.2 ± 0.4	3.3	-1%
Lin S600-x2	5	19	4.3 ± 1.0	4.6	8%
Lin S600-x3	9	25	5.2 ± 0.5	5.4	4%
Lin S600-x4	7	28	5.6 ± 0.5	5.8	4%
Lin UD220-x1	3	11	4.7 ± 0.5	5.3	4%
Lin UD220-x2	2.5	14	6.1 ± 0.6	6.2	2%
Lin UD220-x3	2.5	15	6.0 ± 0.4	6.5	9%
Lin UD220-x4	5	15	6.1 ± 0.6	6.5	6%
Lin UD220-x5	5	17	6.9 ± 0.6	7.1	3%
V300-x1	2	21	9.0 ± 0.5	9.0	0%
V300-x2	2.5	25	10.0 ± 0.6	10.3	3%
V300-x3	3	29	11.9 ± 0.8	11.6	-3%
V300-x4	3.5	33	12.1 ± 0.2	12.9	6%

Tableau 35 : Prédiction de la contrainte à rupture à partir de la loi des mélanges et des facteurs k.

Composite	V_p (%)	V_f (%)	Contrainte σ exp (MPa)	Loi des mélanges avec matrice limitante			Loi des mélanges		
				Contrainte σ th (MPa)	Ecart σ_{th} -σ_{exp}	k	Contrainte σ' th (MPa)	Ecart σ_{th} -σ_{exp}	k'
Lin S350-x1	2	8	35 ± 3	51	47%	0.21	53	50%	0.20
Lin S350-x2	5	16	46 ± 4	68	48%	0.46	71	54%	0.44
Lin S350-x3	7	18	56 ± 7	72	29%	0.65	75	34%	0.62
Lin S600-x1	4	9	31 ± 3	53	71%	0.06	54	75%	0.06
Lin S600-x2	5	19	48 ± 7	75	56%	0.45	78	63%	0.42
Lin S600-x3	9	25	62 ± 4	87	41%	0.61	91	47%	0.58
Lin S600-x4	7	28	68 ± 3	95	39%	0.63	99	46%	0.60
Lin UD220-x1	3	11	65 ± 6	86	33%	0.63	90	38%	0.59
Lin UD220-x2	2.5	14	75 ± 22	101	35%	0.64	105	41%	0.61
Lin UD220-x3	2.5	15	83 ± 20	106	27%	0.71	111	33%	0.67
Lin UD220-x4	5	15	81 ± 15	105	30%	0.69	110	35%	0.65
Lin UD220-x5	5	17	90 ± 13	115	27%	0.72	120	33%	0.68
V300-x1	2	15	93 ± 7	145	56%	0.56	142	52%	0.37
V300-x2	2.5	22	115 ± 28	166	45%	0.64	162	41%	0.43
V300-x3	3	29	170 ± 13	187	10%	0.89	183	7%	0.60
V300-x4	3.5	33	200 ± 10	209	4%	0.95	203	2%	0.64

Comme observé par Coroller et al. (2013) l'application de la loi des mélanges conduit à une large surestimation de la contrainte à rupture de 30% à 70%, avec ou sans considérer la rupture de la matrice comme facteur limitant. Un facteur d'efficacité k a donc été introduit et calculé pour les deux hypothèses de calculs. Les deux équations de prédiction, loi des mélanges simple ou en

considérant la rupture de la matrice comme facteur limitant, conduisent à des prédictions comparables. Toutefois pour les composites à fibre de lin, la loi des mélanges simple donne des résultats 5%-10% plus élevés qu'en considérant la matrice limitante, tandis que l'inverse est observé pour les fibres de verre.

Les composites réalisés avec une seule couche de tissu présentent un facteur d'efficacité k plus aléatoire par rapport aux autres composites. Cette remarque peut s'expliquer par leur plus grande hétérogénéité, qui avait déjà été soulignée en partie 2 sur la caractérisation mécanique. Les valeurs des facteurs d'efficacité calculés pour les composites avec un seul pli ne sont en conséquence pas considérées.

- **Les composites à fibres de verre ne rompent pas avec la matrice**

Les facteurs d'efficacité k et k' calculés pour les deux modèles sont quasiment identiques pour les composites à fibres de lin, tandis qu'ils diffèrent pour les composites à fibres de verre. Cette différence peut s'expliquer par le mode de rupture des composites. En effet pour les composites à fibres de lin, la rupture se produit de façon cohésive. Les fibres rompent en même temps que la matrice. Les hypothèses de la matrice comme élément limitant sont respectées. Pour le composite à fibres de verre par contre, à rupture la matrice s'émiette mettant à nues les fibres qui certainement ne rompent pas immédiatement, mais travaillent encore avant de rompre. En conséquence la loi des mélanges en considérant la matrice comme élément limitant conduit à une plus grande surestimation de la contrainte à rupture des composites à fibres de verre.

- **Facteur d'efficacité k des composites à fibres de lin**

Le facteur k introduit dans l'équation (Eq 2.7) de la loi des mélanges avec la matrice comme élément limitant correspond bien à un facteur d'efficacité comme explicité par Coroller et al. (2013) qui traduit la participation des fibres à l'effort et qui dépend de la qualité de la dispersion des fibres au sein du matériau. Le facteur k est égal à 0.62 pour les composites à fibres de lin bidirectionnelles et 0,7 pour les composites à fibres de lin unidirectionnelles. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur mais légèrement plus élevées que celles calculées par Coroller et al. (2013). Il était attendu d'avoir une efficacité plus faible avec un matériau stratifié au contact plutôt que thermo-compressé, à cause de la plus grande hétérogénéité, la présence de macroporosité et la présence de paquet de fibres non individualisées clairement visibles sur les images prises par tomographie.

Le facteur k dépend aussi certainement de la qualité de l'adhérence entre les fibres et la matrice. Il est donc envisageable que la matrice d'imprégnation pour stratification au contact présente une meilleure compatibilité avec les fibres de lin utilisées ce qui expliquerait des facteurs d'efficacité élevés.

- **Différence entre les facteurs k et k'**

Dans l'équation (Eq 2.8) le facteur k' traduit non seulement l'efficacité de la participation des fibres mais aussi le taux de travail des fibres qui ne sont pas sollicitées au maximum de leur performance à rupture. La différence entre les facteurs k et k' permet de calculer un facteur K qui correspond au taux de travail des fibres.

$$k' = k.K \qquad \text{(Eq 2.10)}$$

Suivant cette hypothèse les fibres de lin travailleraient à environ 95% de leur capacité, tandis que les fibres de verre travailleraient à 67% de leur capacité. Ces valeurs ne semblent pas incohérentes.

Bilan sur la prédiction des propriétés mécaniques en traction par une loi des mélanges :

⟶ L'application de la loi des mélanges pour le module du composite lin stratifié au contact conduit à une très bonne corrélation avec les résultats expérimentaux.

$$E_l = E_f V_f + E_m V_m \qquad \text{(Eq 2.5)}$$

⟶ La loi des mélanges modifiée en considérant que la rupture de la matrice induit la rupture du composite peut être adaptée selon la proposition de Coroller et al. (2013) par l'introduction d'un facteur d'efficacité des fibres égal à 0,62 pour les composites à fibres de lin bidirectionnelles et 0,7 pour les composites à fibres de lin unidirectionnelles.

$$\sigma_{comp} = \sigma_m \cdot (1 - V_f - V_p) + k \cdot \sigma_{m,ult} \cdot \frac{E_f}{E_m} \cdot V_f \qquad \text{(Eq 2.8)}$$

⟶ La loi des mélanges modifiée en considérant que la rupture de la matrice induit la rupture du composite ne s'applique pas aux composites stratifiés au contact.

3. Caractérisation de l'interface béton-composite

La technique de renforcement du béton par matériau composite repose entièrement sur la technique de collage et sur l'hypothèse que les composites collés en surface peuvent reprendre les efforts subis par la structure par l'intermédiaire de l'interface, la zone frontière entre le composite et son support, et assure le transfert des efforts subis par la structure béton au composite de renfort. Comme explicité en Partie I, l'adhésion entre le béton et le composite résulte à la fois de phénomène d'ancrage mécanique et de liaisons chimiques. Le comportement de l'interface béton-composite lin époxy découle donc non seulement des propriétés spécifiques de chaque matériau en présence, mais aussi et surtout de l'évolution de leur interaction.

Les essais effectués avec des assemblages béton-composites à fibres de carbone ou de verre ont menés à un certain nombre d'informations sur le comportement du joint de colle lors des essais de cisaillement qu'il convient de comparer ou adapter dans le cas des assemblages béton-composites renforcés par fibres de lin. Les composites lin-époxy présentent des propriétés de contraintes intéressantes, cependant les modules des matériaux sont trop faibles pour imaginer l'utiliser pour un renforcement de flexion ou de confinement. Nos essais se sont donc restreints à des renforcements pour l'effort tranchant. L'étude bibliographique a mis en évidence l'importance du choix du test pour la caractérisation de l'interface béton-composite de renfort.

Dans un premier temps l'interface entre les composites renforcés par fibres de lin et le support béton est donc caractérisées par test de cisaillement à double recouvrement avec pour but de vérifier si les observations obtenues avec les fibres synthétiques s'appliquent aux fibres de lin, de déterminer la loi de comportement des interfaces, et de comparer les résultats avec ceux obtenus avec des composites renforcés par fibres de verre. Il est attendu que le comportement non linéaire en traction-déformation et la déformation bien plus importante des composites à fibres de lin se traduisent par une déformation accrue de l'interface au cours des essais de traction-cisaillement. Dans un second temps nous allons vérifier la validité des différents modèles prédictifs de contrainte à rupture développés pour des composites de renfort à fibres synthétiques avec les nouveaux composites à fibres de lin avec pour but de déterminer si ceux-ci se doivent d'être adaptés. En effet un matériau de renfort se doit de pouvoir être dimensionné de façon sûre afin d'être utilisé par les ingénieurs du génie civil.

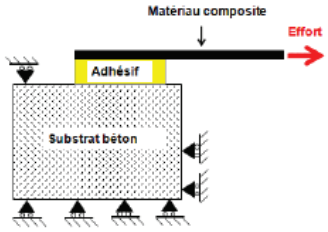
3.1 Etude bibliographique : essais de caractérisation de l'interface béton-composite

3.1.1 Synthèse des essais de l'interface composite/béton en cisaillement

Le dimensionnement de l'interface de travail d'un test de cisaillement doit prendre en compte à la fois le comportement immédiat et à long terme de l'interface. Les longueurs d'ancrage ne doivent pas être trop importantes pour éviter un surdimensionnement de l'interface, mais ne doivent pas être trop courtes afin de ne pas rompre prématurément par fluage, fatigue ou vieillissement.

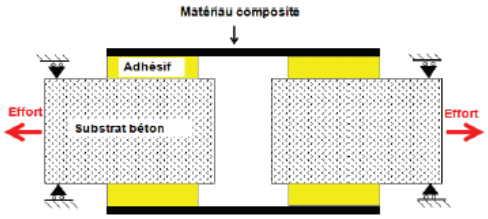
Une classification des différents essais de caractérisation en cisaillement des joints de collage béton/composites en fonction des conditions de collage aux limites a été réalisée par Yao et al. (2005). Se distinguent trois types d'essais : (a) essais de cisaillement à simple recouvrement, (b) essais de cisaillement à double recouvrement, (c) essais de cisaillement par flexion.

(a)



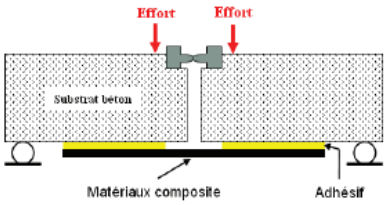
Lors de l'essai de cisaillement à simple recouvrement, un effort de traction parallèle au plan du joint de colle est appliqué à l'extrémité libre du composite collé. Le support béton doit être fixe afin d'éviter tout déplacement ou rotation.

(b)



Dans le cas de l'essai de cisaillement à double recouvrement, deux blocs support de béton sont liés par deux renforts composites sur deux faces opposées. L'effort de traction est appliqué directement sur les supports en béton.

(c)



L'essai de flexion induit une contrainte de pelage/clivage dans le joint de colle, et permet de caractériser l'adhérence dans des cas extrêmes d'accidents.

Figure.67 : Dispositifs expérimentaux pour la caractérisation des joints collés béton/composites – essai à double (a), et à simple recouvrement (b) ou en flexion (c) (Houhou 2012)

Les essais de cisaillement-traction donnent non seulement accès à la charge ultime à rupture, mais aussi au comportement mécanique de l'interface composite-béton. Ce comportement est généralement déterminé de deux manières : (a) à partir de la contrainte moyenne en fonction du déplacement, (b) à partir des contraintes locales mesurées entre deux jauges de déformation le long du composite.

D'après les différentes études théoriques et expérimentales plusieurs paramètres influent directement sur le comportement du joint de colle et sur la force à rupture du système de renfort :

a) La résistance du béton
b) Le rapport de la largeur de bande composite sur la largeur du prisme béton
c) La longueur d'ancrage du composite
d) La rigidité de l'adhésif
e) La force d'adhérence de la colle
f) La rigidité du composite

- **Mode de rupture**

Les essais de traction des différents auteurs ont montré que sauf dans des cas extrêmes d'adhésifs très peu performants ou de béton de très hautes performances, la rupture du système de renfort a lieu dans la couche de béton adjacente au joint de colle. Le plan de rupture est généralement légèrement plus large que la bande de composite si la bande de renfort est plus étroite que le prisme de béton. Le plan de rupture se propage à partir de l'extrémité chargée jusqu'à l'extrémité libre du composite au fur et à mesure que le chargement/ déformation augmente. Lorsque la bande composite est encollée jusqu'au bord du prisme de béton à son extrémité chargée sans laisser de petite zone libre non encollée, un morceau de béton près de l'extrémité chargée est souvent entraîné à rupture, ce qui n'impacte pas le comportement d'adhésion-glissement global ni local ailleurs que dans cette zone (Chajes 1996, Lu 2005).

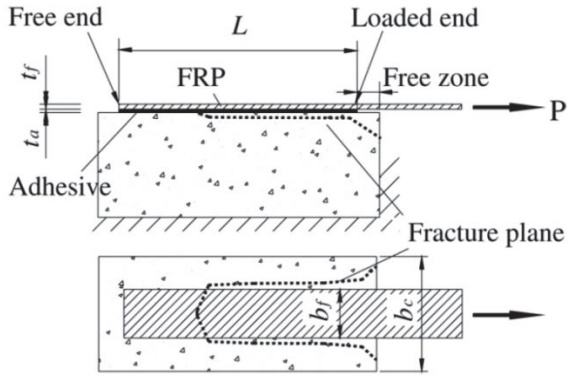


Figure 68 : Schéma d'un test de cisaillement introduisant les nomenclatures utilisées. (Lu 2005)

- **Existence d'une longueur d'ancrage efficace**

Un aspect important des composites de renfort collés est qu'il existe une longueur d'ancrage, appelée "longueur efficace" ou "longueur de transfert", au-delà de laquelle la charge ultime ne peut pas augmenter. Ceci est une différence fondamentale entre un renforcement par collage extérieur et une barre d'armature intérieure qui pourra toujours travailler au maximum de ses capacités si la longueur d'ancrage est suffisante.

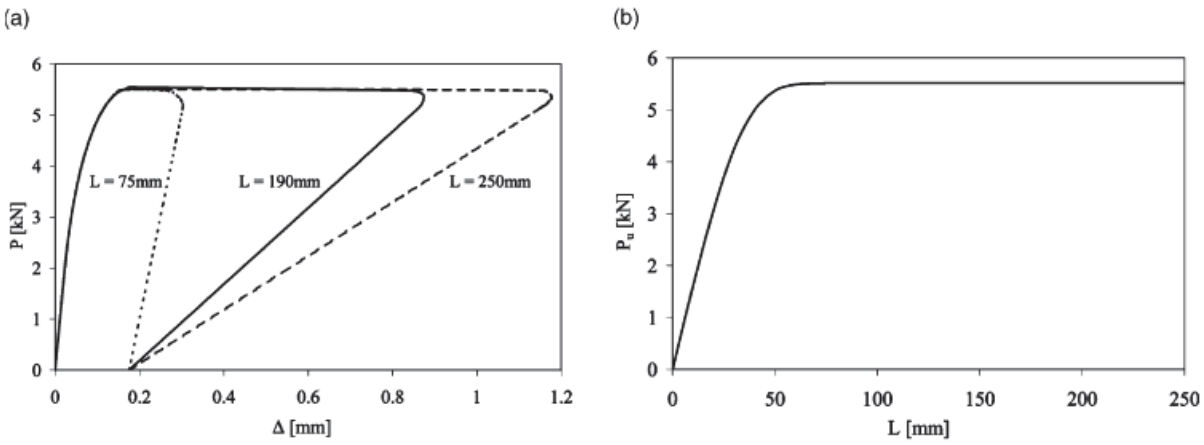


Figure 69 : (a) Effet de la longueur d'ancrage sur le comportement de charge-déplacement et (b) sur la charge ultime en cisaillement (Yuan 2004).

Okano (1986) a étudié l'influence de la longueur d'ancrage des composites dans un essai de type traction-cisaillement à double-recouvrement. Les deux blocs béton de 10 cm x 10 cm x 20 cm sont assemblés par des bandes composites de 4 cm de large collées avec des longueurs d'ancrage de 10 à 30 cm. L'effort de traction appliqué aux blocs béton induit un effort de cisaillement dans les joints de colle. Les résultats montrent que la contrainte de cisaillement moyenne, calculée comme le rapport de l'effort appliqué à rupture par la surface de collage du composite, n'augmente plus au-delà d'une certaine longueur d'ancrage. Pour une longueur d'ancrage inférieure à 10 cm la rupture a lieu dans le béton, au-delà de cette longueur la rupture se fait dans la bande composite. Ces résultats sont confirmés par les essais de Yuan et al. (2004) pour établir d'une solution analytique au processus de liaison-glissement de l'interface leur permettant de modéliser efficacement le comportement de l'interface. Les résultats suggèrent que si l'augmentation de la longueur d'ancrage du composite au-delà de la longueur « efficace » n'augmente pas la charge à la première rupture du système, elle en améliorerait la ductilité.

- **Distribution des contraintes le long du composite**

Le concept de longueur efficace est également définie par la distribution des contraintes le long du composite comme étant la longueur d'ancrage pour laquelle les contraintes tendent vers zéro. La bande de composite située avant la longueur efficace reprend donc la totalité de la charge jusqu'au début de la rupture ou du décollement, qui décale la longueur d'ancrage efficace.

Différents auteurs proposent de s'intéresser au profil de déformation du composite le long du joint de colle. La contrainte de cisaillement locale, calculée entre deux jauges de déformation, est suivie en fonction du chargement. Cette exploitation permet de visualiser l'évolution du cisaillement le long du composite au cours de l'essai. Généralement les contraintes de cisaillement présentent un maximum à l'extrémité chargée du composite et diminuent selon une exponentielle décroissante en s'éloignant du bord du support jusqu'à une valeur minimale ou jusqu'à s'annuler si la longueur d'ancrage est suffisante (Yuan 2004, Chajes 1996, Savoia 2003, Ferrier 2010).

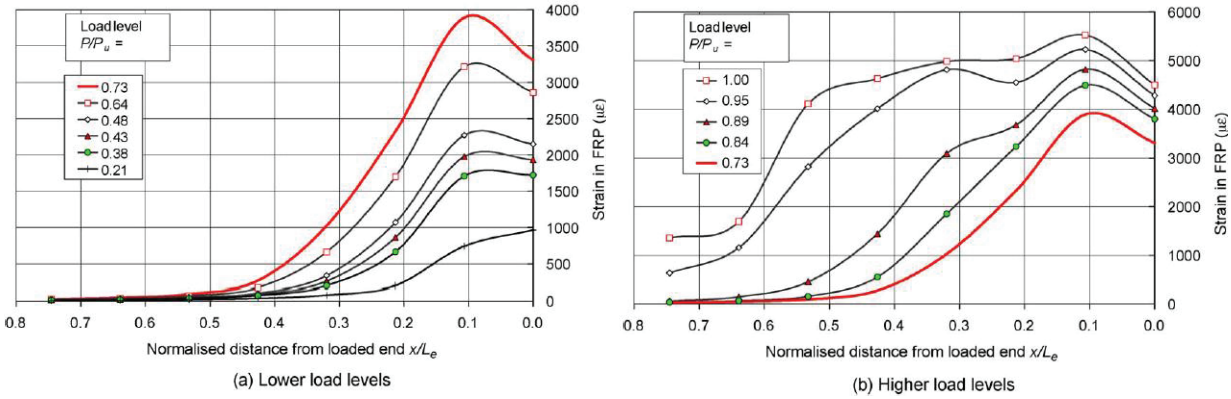


Figure 70 : Evolution des contraintes de cisaillement locales au cours d'un essai de cisaillement à simple recouvrement d'un composite à fibres de carbone sur béton (L=190mm) (Yao 2005)

En particulier Yao et al. (2005) ont examiné la fiabilité d'un test de cisaillement à simple recouvrement. Le suivi des contraintes par des jauges de déformation collées à la surface du composite montre une évolution typique le long de la longueur d'ancrage (Figure 70). Lorsque la charge appliquée est inférieure à 60% de la charge ultime les contraintes sont localisées à 50% de la longueur d'ancrage. Il s'agit là de la longueur d'ancrage efficace comme défini par Chen & Teng (2001). Vers 95% de la charge à rupture des fissures visibles se forment à l'extrémité sollicitée du composite ce qui induit des changements significatifs des contraintes dans le composite jusqu'à rupture de l'assemblage.

Cette méthode peut sembler plus simple, mais les résultats de contraintes locales en fonction du déplacement ne sont pas toujours très précis. En effet les contraintes déformations mesurées le long du composite peuvent montrer des variations brusques en raison de l'hétérogénéité du béton et de la nature discrète des fissurations. Une jauge de contrainte placée au-dessus d'une fissure subira une plus grande déformation qu'une jauge située au-dessus d'un agrégat. Et par conséquent les courbes obtenues peuvent varier considérablement entre les différents tests (Lu 2005). De plus bien que ce phénomène ne soit pas toujours visualisé, les contraintes s'accumulent à l'extrémité liée du composite, ce qui peut mener à une rupture prématurée de l'assemblage (Figure 71 a).

D'autre part le suivi au cours de l'essai des contraintes locales permet de visualiser la réponse mécanique en un point donné du joint de colle, qui est dans un premier temps (I) élastique linéaire, suivie d'une phase d'endommagement (II) puis d'une phase de comportement post-pic adoucissant (III) jusqu'à rupture de l'assemblage (Figure 71 b) (Yuan 2004, Ferrier 2010).

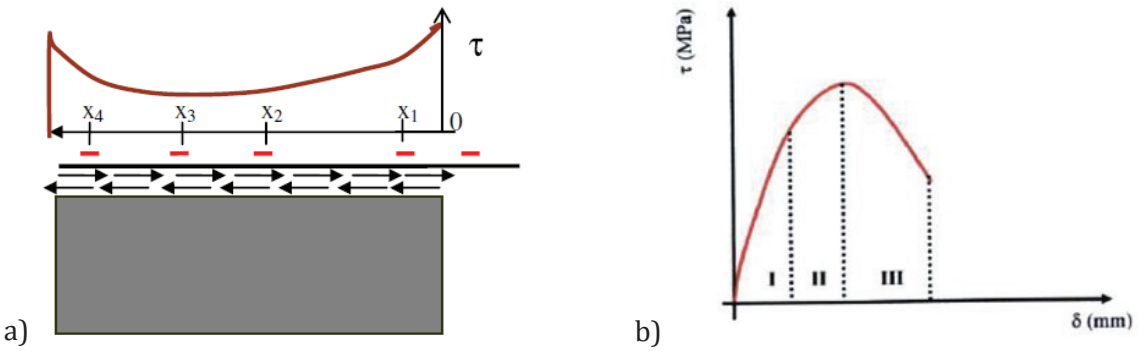


Figure 71 : Analyse des mesures de déformation le long du joint de colle, et relation de comportement du type contrainte-glissement (Michel 2007).

Dans leur étude sur l'utilité d'utiliser des ancrages supplémentaires pour assurer la liaison de composite carbone avec le support en brique, Caggegi et al. (2015) utilisent le suivi pour corrélation d'image afin de suivre précisément l'évolution des contraintes locales au cours des essais. La longueur d'ancrage initiale d'environ 100 mm correspond bien aux calculs théoriques préconisés par les documents CNR-DT Italien. Il apparait que lorsque la contrainte locale atteint une valeur d'environ 1,5 MPa, une fissure se développe et la zone de transfert de charge se déplace vers le côté non chargé du composite (Figure 72a). La visualisation du champ des contraintes bidirectionnel en Figure 72b montre que la zone de transfert de charge n'est pas toujours symétrique par rapport à l'axe central, probablement à cause des imperfections des

échantillons. Cette information souligne l'importance de relativiser les valeurs de contraintes obtenues par jauges de déformation collées de façon discrète le long du composite.

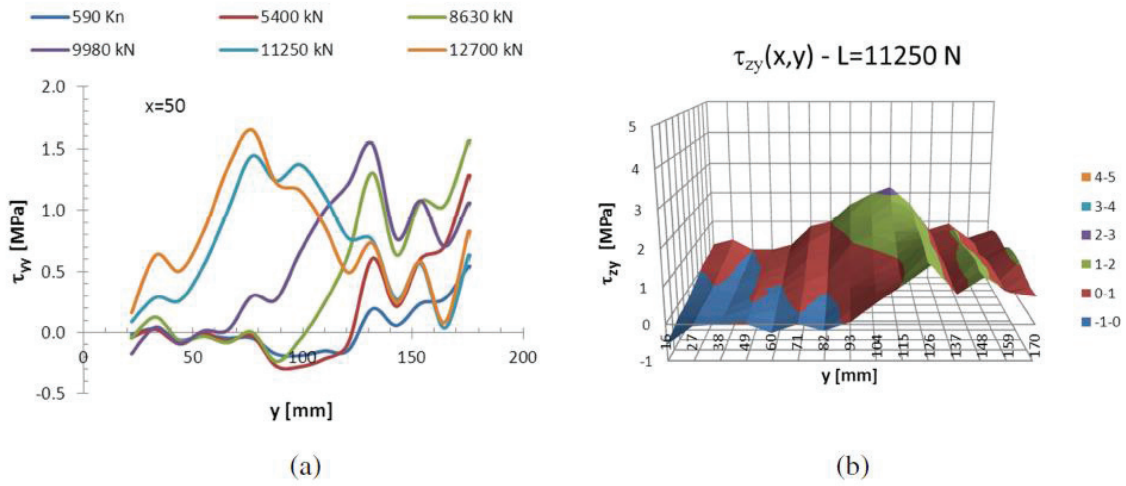


Figure 72 : (a) Contraintes le long d'un composite à fibres carbone sur un support brique lors d'un essai de cisaillement, (b) Champs de contrainte bidirectionnel pour une charge de F=11250 N (Caggegi 2015).

- **Comportement de contrainte moyenne – déplacement**

Une autre exploitation des tests de cisaillement dans le joint de colle peut se faire en considérant le profil de la contrainte de cisaillement moyenne en fonction de la déformation moyenne de cisaillement. Les résultats sont exprimés sous la forme de la contrainte moyenne à rupture en réalisant le rapport de l'effort à rupture par la surface de collage. Cette approche a été utilisée par différents auteurs pour caractériser le comportement instantané (Ferrier 1999, Yao 2004, Klambert 2005, Marouani 2007) ainsi que le comportement à long terme (Ferrier 2011, Meshgin 2009, Meaud 2011) des interfaces collées béton/composite.

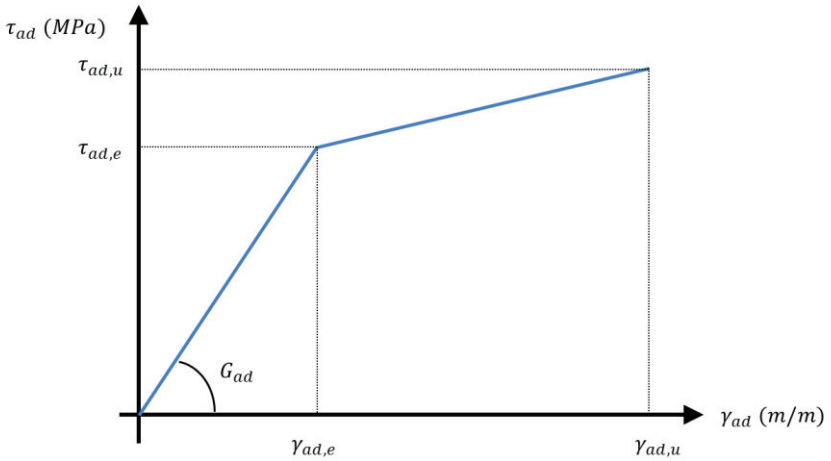


Figure 73 : Loi de comportement attendue pour la courbe contrainte-déformation caractérisation en cisaillement des composites de renfort collés sur béton (AFGC 2011).

D'après les recommandations de l'AFGC (2011) le comportement en cisaillement de l'interface du béton avec les composites FRP lors de tests de cisaillement à double recouvrement se caractérise par une loi non linéaire avec un domaine initial linéaire élastique. Le premier point

(γ_e, τ_e) marque la limite du comportement élastique. Le deuxième point (γ_u, τ_u) correspond à la rupture de l'échantillon. Entre ces points, le joint adhésif suit un comportement non-linéaire complexe. Selon Meaud et al. (2011) le comportement élastique initial linéaire dépendrait principalement des propriétés de la matrice polymère et par conséquent de la température d'essai. Lorsque la défaillance à lieu dans le béton, et non pas dans le composite, la contrainte de cisaillement à rupture τ_u dépend par contre directement des propriétés du béton (Meaud 2011).

Yao et al. (2004) ont considéré l'influence de la longueur d'ancrage sur le comportement global du joint de colle lors d'un test de cisaillement à simple recouvrement. Les spécimens dont la rupture s'est faite à l'interface béton-composite présentent un plateau avant rupture qui augmente avec la longueur d'ancrage. Pour les spécimens dont la rupture se produit dans le support béton un tel plateau n'est observé qu'avec les grandes longueurs d'ancrage et sur un déplacement beaucoup plus court (Yao 2004). Dans leur étude pour la modélisation du comportement liaison-glissement de l'interface béton-composite, Yuan et al. (2004) observent également que l'augmentation de la rigidité du composite augmente la charge à rupture tout en réduisant significativement la ductilité de l'interface. De plus une augmentation de la rigidité du composite augmente la longueur d'ancrage efficace nécessaire pour atteindre la charge à rupture maximale (Yuan 2004).

Dans leur recherche sur la durabilité des renforts composites sur béton, Ferrier et al. (2001) ont testé les éprouvettes de cisaillement à double recouvrement à différentes températures et appliqué le principe de superposition temps-température afin d'extrapoler le comportement de l'interface au cours du temps. Il apparaît que le comportement en cisaillement serait directement dépendant de la température de transition vitreuse de la résine employée et que pour les systèmes de renfort usuels les propriétés mécaniques de l'interface se dégradent considérablement au-delà de 55°C. Les systèmes avec une transition vitreuse plus faibles (<50°C) subissent un fluage bien plus marqué (Ferrier 2001).

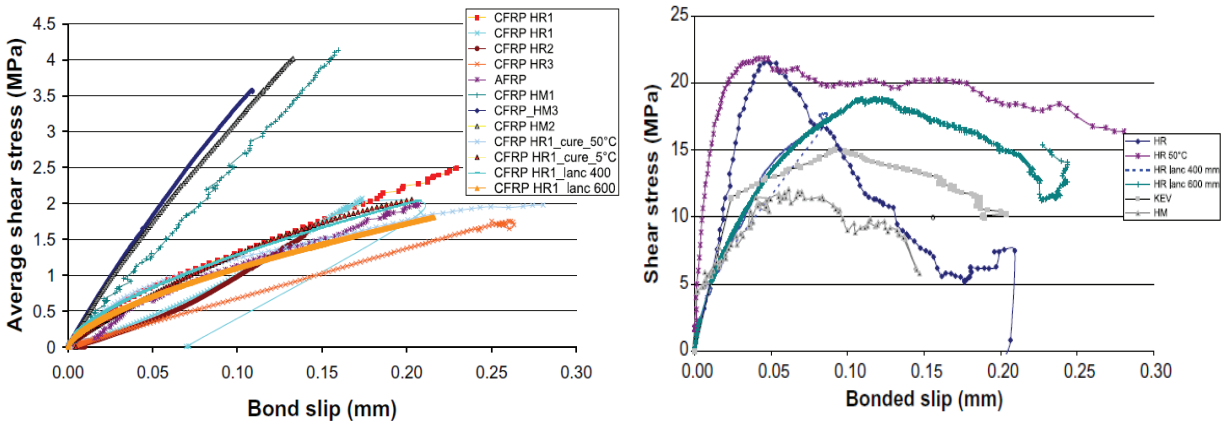


Figure 74 : (a) Courbes de cisaillement moyen en fonction du déplacement, (b) courbes de contraintes locales-déplacement pour les différents essais (Ferrier 2010).

L'étude de Ferrier et al. (2010) se concentre sur l'influence des caractéristiques du composite tels que les conditions de mise en œuvre, la nature des fibres de renforcement, les propriétés mécaniques du composite, et le dimensionnement de l'essai sur le comportement mécanique du composite à l'interface béton de test de cisaillement à double recouvrement. Les essais montrent

que les spécimens renforcés par des plats à fibres de carbone sont trois fois plus rigides que ceux préparés par stratification au contact de fibres de carbone. Ils présentent un comportement du joint à rupture plus fragile et un transfert de charge plus court que les éprouvettes stratifiées au contact. Les FRP stratifiés au contact avec des fibres d'aramide et de carbone fabriqués avec les mêmes résines présentent un comportement contrainte-déplacement similaire à celui décrit par Yuan et al. (2004) et Yao (2005) (Figure 75) (Ferrier 2010).

Hadigheh et al. (2015) ont mis en place un essai de traction-cisaillement à simple recouvrement modifié afin de contrôler le mécanisme de rupture et suivre le glissement moyen du composite tout en limitant les mouvements hors plan. L'influence de l'épaisseur de joint de colle et la largeur des composites consolidés carbone sur le comportement du joint de colle a permis d'introduire l'hypothèse d'une épaisseur de joint de collage optimale. La charge maximale à rupture augmente avec l'épaisseur du joint de colle jusqu'à une valeur limite au-delà de laquelle elle régresse. Un type de réponse similaire a été observé pour d'autres techniques d'applications comme le moulage au sac, ou chauffage sur site (Hadigheh 2015 b). En effet une épaisseur plus importante de colle augmente les risques de défauts dans l'adhésif et peut mener à une modification des propriétés physiques par un retrait de polymérisation plus grand et donc une augmentation des contraintes internes. Par ailleurs les essais avec un joint de colle épais présentent un comportement à rupture plus doux. En effet un des éléments clés du renforcement des éléments en béton par des composites est leur capacité à entraver les fissures apparues sur le substrat en les empêchant de se propager.

Bilan des essais de cisaillement de l'interface béton-composite :

- La configuration des essais de cisaillement (dimensions support béton, dimension composite, recouvrement simple ou double) impacte directement sur les résultats obtenus.
- Pour un endroit donné, le profil des contraintes est dans un premier temps (I) élastique linéaire, suivie d'une phase d'endommagement (II) puis d'une phase de comportement post-pic adoucissant (III) jusqu'à rupture de l'assemblage.
- Les contraintes de cisaillement présentent un maximum à l'extrémité chargée du composite et diminue selon une exponentielle décroissante en s'éloignant du bord du support jusqu'à une valeur minimale ou jusqu'à s'annuler si la longueur d'ancrage est suffisante (-> existence d'une longueur d'ancrage efficace).
- Le comportement en cisaillement de l'interface du béton avec les composites FRP (cisaillement moyen- déformation de cisaillement) se caractérise par une loi non linéaire avec un domaine initial linéaire élastique.
- L'augmentation de la rigidité du composite augmente la charge à rupture tout en réduisant significativement la ductilité de l'interface (rupture plus fragile), et augmente la longueur d'ancrage efficace nécessaire pour atteindre la charge à rupture maximale.

3.1.2 Synthèse des modèles prédictifs de la contrainte à rupture.

Les premiers modèles développés pour prédire la force à rupture des systèmes ont initialement été développés à partir de la contrainte moyenne à rupture dans l'interface, τ_u à la fin des années 1990. Les modèles ont ensuite été modifiés afin de prendre en compte l'existence de la longueur d'ancrage efficace, qui est un élément clé de la compréhension du comportement du joint de colle. La plupart des modèles utilisés actuellement reposent sur la détermination du comportement d'adhérence-glissement de l'interface à partir d'équation de mécanique de rupture.

Selon Hosseini & Mostofinejad (2014), les modèles prédictifs de la force à rupture des systèmes de renforcement FRP peuvent être classés en trois catégories :

1) **Les modèles de force à rupture, généralement empiriques**, directement basés sur la régression des données des tests de cisaillement (*Tanaka 1996, Hiroyuki & Wu 1997, Maeda et al. 1997, …*).
2) **Les modèles de force à rupture conçus en adoptant des hypothèses assez simples de mécanique à rupture de l'interface** et calibrés à l'aide de valeurs empiriques (*Van Gemert 1980, Sato et al. 2001, Khalifa et al. 1998, Chen & Teng 2001, Dai et al. 2005, Seracino et al. 2007, …*).
3) **Les modèles du comportement d'adhérence-glissement de l'interface** et calibrés à l'aide de valeurs empiriques (*Holzenkämpfer 1997, Täljsten 1994, Niedermeier 1996, Neubauer and Rostásy 1997, Blaschko et al. 1998, Yuan and Wu 1999,2001, Wu et al. 2012, Yuan et al. 2012, Toutanji et al. 2013, …*).

- **Modèles d'adhérence-glissement local :**

La couche d'adhésif du joint de colle entre le béton et le composite est principalement soumis à des déformations de cisaillement. Un modèle mécanique simple peut être établi en considérant que les deux surfaces collées, le composite et le support béton, sont uniquement soumises à des forces axiales régulièrement réparties et ainsi que l'interface est uniquement soumise à des contraintes de cisaillement constantes le long du composite et dans l'épaisseur du joint de colle. Dans cette approche, l'interface représente non seulement la déformation de l'adhésif réel mais aussi celles des matériaux adjacents à la couche d'adhésif (Yuan 2004).

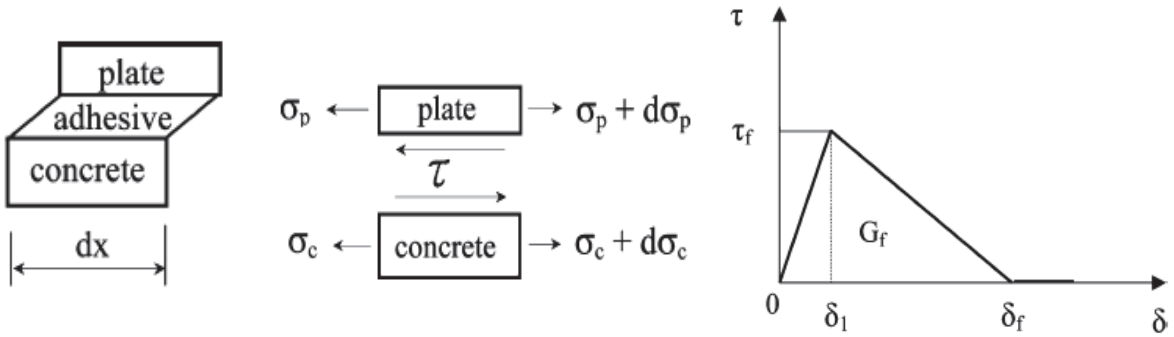


Figure 75 : Modèle mécanique d'adhérence-glissement de la contrainte locale (Yuan 2004).

Pour qu'un modèle du comportement d'adhérence-glissement local soit considéré comme juste, il doit non seulement prévoir la forme de la courbe de contrainte locale-déplacement associée à la répartition des contraintes le long du composite, mais aussi la valeur de l'énergie de rupture interfaciale qui est égale à l'aire sous la courbe. La précision d'un modèle est déterminée en considérant les trois paramètres clés : contrainte d'adhérence maximale, le glissement à la contrainte maximale et le glissement ultime lorsque la contrainte s'annule.

Les recherches existantes ont montré que la force de liaison Pu entre le béton et un composite FRP de renfort est directement proportionnelle à la racine carrée de l'énergie de rupture interfaciale Gf indépendamment de la forme de la courbe de contrainte locale-glissement (Yuan 2004, Neubauer 1997, Taljsten 1994, Wu 2002). La plupart des modèles d'adhérence-glissement ne fournissant pas de formule excplicite pour la charge ultime, celle-ci doit souvent être déterminer numériquement.

- **Calcul de la force à rupture**

Le chapitre sur les modèles prédictifs de la liaison entre le béton et le composite de renfort du rapport RILEM Technical Committee 234-DUC (2015) explicite les étapes du calcul de la force à rupture thérique (Pellegrino 2015).

Pour une liaison béton-composite dont la contrainte de cisaillement le long de l'interface entre le béton et le composite se traduit par l'équation τb(x), et bf la largeur du composite, la force de traction maximale à rupture F_{max} d'un composite de renfort d'une longueur d'ancrage infinie peut se calculer selon :

$$F_{max} = b_f . \int_0^{\infty} \tau_b(x) \, . dx \qquad \text{(Eq 2.11 a)}$$

L'énergie de rupture d'une liaison de cisaillement se calcule à partir du modèle d'adhérence-glissement en énergie par surface selon :

$$\Gamma_F = b_f . \int_0^{\infty} \tau_b(s) \, . ds \qquad \text{(Eq 2.11 b)}$$

En considérant que la rigidité du support béton est largement supérieure à celle du composite de renforcement, l'énergie élastique associée à la déformation de l'adhérant se calcule selon ω=1/2 σ·ε . Au niveau de la section de composite avec la contrainte maximale $\sigma_{f,max}$, l'énergie par unité de longueur associée à la contrainte maximale de cisaillement dans la section de composite d'aire A_f=b_f.t_f est égale à l'énergie de rupture par unité de longueur développée à l'interface béton-composite. Cette égalité se traduit par l'équation suivante:

$$\int_{A_f}^{\cdot} \frac{1}{2} \cdot \sigma_f . \varepsilon_f . dA = \; b_f . \int_0^{\infty} \tau_b(s) . ds \qquad \text{(Eq 2.11 c)}$$

De plus en considérant que la contrainte de cisaillement σ_f est constante le long de la section et que la relation de contrainte-déformation est élastique linéaire σ_f=$E.\varepsilon_f$ l'équation précédente donne :

$$\frac{(\sigma_f \cdot t_f \cdot b_f)^2}{2 \cdot E_f} = {b_f}^2 \cdot t_f \cdot \Gamma_F \qquad \text{(Eq 2.11 d)}$$

avec t_f, b_f, E_f l'épaisseur, la largeur et le module de Young du composite de renfort :

$$F_{max} = \sigma_f \cdot t_f \cdot b_f = b_f \cdot \sqrt{2.E_f.t_f.\Gamma_F} \qquad \text{(Eq 2.11 e)}$$

L'énergie de rupture Γ_F dépend à la fois des propriétés du béton, du composite et de la colle, et des caractéristiques de la surface du béton. Si l'application du composite est faite correctement, le décollement se produit par rupture dans le béton et la formule de l'énergie de rupture spécifique de l'interface peut être calculée de façon similaire à une rupture de cisaillement. En conséquence l'énergie de rupture peut être exprimée en fonction de la force de cisaillement du béton, qui dépend à la fois de la force en traction et en compression du béton. Dans la plupart des formulations, l'énergie de rupture est directement exprimée en fonction de la force de traction du béton et du facteur de dimensionnement dépendant du rapport de la largeur du composite par la largeur du support béton (b_f/b_c), comme dans les formulations proposées par Neubauer & Rostasy (1997) et par Lu et al. (2005) :

$$\Gamma_F = 0.204 \cdot k_b^2 \cdot f_{ctm} \qquad \text{(Neubauer \& Rostasy 1997)}$$

$$\Gamma_F = 0.308 \cdot \beta_w^2 \cdot \sqrt{f_{ctm}} \qquad \text{(Lu et al. 2005)}$$

avec f_{ctm} la force en traction du béton et k_b et β_w des facteurs de dimensionnement définis selon :

$$k_b = 1.06 \sqrt{\frac{2 - b_f/b_c}{1 + b_f/b_c}} \; ; \qquad \beta_w = \sqrt{\frac{2 - b_f/b_c}{1 + b_f/b_c}} \qquad \text{(Eq 2.12)}$$

De nombreux modèles utilisent des formulations similaires afin d'évaluer la force à rupture de la liaison (Talsten 1994, Chen & Teng 2001, Smith & Teng 2002, CNR-DT 200 2004,…). Si les coefficients de calibrage fluctuent largement, le principe de calcul reste fondamentalement le même. Les modèles théoriques de fib bulletin 14, Chen & Teng (2001) et CNR-DT 200 (2004) sont retenus par Monti et al. comme étant des modèles clés et pertinants à comparer.

- **Comparaisons de modèles :**

Dans leur travail de synthèse, Lu et al. (2005) présentent les différences entre 17 modèles d'adhérence-glissement existants et comparent leur fiabilité avec leurs propres résultats expérimentaux avec des composites à fibres de carbone. Trois nouveaux modèles avec différents degrés de sophistication sont introduits, présentant la particularité d'être basés sur un modèle aux éléments finis ajusté sur les résultats expérimentaux avec uniquement des paramètres clés comme la force à rupture et pas sur des mesures moins fiables de contraintes de déformation locales.

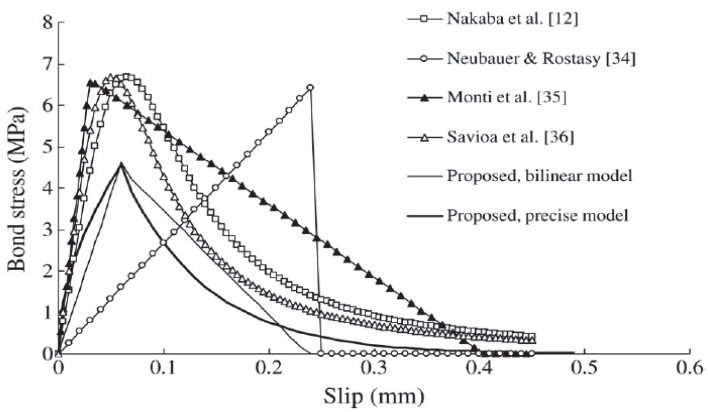


Figure 76 : Courbes de cisaillement-glissement déterminées à partir des différents modèles mécaniques d'adhérence glissement (Lu 2014)

Il apparaît que parmi les modèles de force à rupture, le modèle de Teng & Cheng (2001) permet d'obtenir les résultats les plus justes avec un des modèles les plus simples. En ce qui concerne les modèles du comportement d'adhérence-glissement de l'interface, bien que le comportement réel soit relativement complexe, il peut être modélisé en première approche efficacement par un modèle bilinéaire. Aucun des modèles, même plus précis, ne permet de prévoir avec exactitude la forme et l'énergie de rupture interfaciale (aire sous la courbe de contrainte locale-déformation) (Figure 77).

Hosseini & Mostofinejad (2014) ont entrepris de confronter la justesse des prédictions de la longueur d'ancrage efficace de différents modèles d'adhérence-glissement en comparant les prédictions obtenues avec leurs propres résultats expérimentaux avec des composites carbone. Leur étude se concentre toutefois sur trois modèles choisis pour leur pertinence et leur utilisation dans des directives reconnues : le modèle de fib Bulletin14, le modèle de Chen & Teng (2001) présent dans les directives ACI 440.2R et HB 305, et le modèle de Seracino et al. (2007) présent dans la directive HB 305.Il apparait que globalement les modèles offrent une bonne estimation de la charge à rupture et de la longueur d'ancrage efficace mais que les coefficients de calibration des modèles se doivent d'être réévalués pour chaque campagne d'essai et que pour certains des coefficients de réduction sont nécessaires pour ajuster les valeurs expérimentales au modèle comme pour Cheng & Teng (2001).

- **Modèles prédictifs des directives internationales**

Le Tableau 2.36 présente les modèles retenus par les différentes directives internationales. Tous les modèles sont ici rédigés avec Pu la force à rupture ; Lf et Le la longueur de collage et la longueur de collage efficace ; bf, tf, Af et Ef respectivement la largeur, l'épaisseur, l'aire transversale et le module de Young du composite ; df l'épaisseur du joint de colle, bc, fc et fctm respectivement la largeur, la force en compression et la force en traction du support béton.kb est un facteur géométrique de l'essai. Globalement les différentes directives nationales proposent des modèles prédictifs similaires se basant sur des formules éprouvées.

Tableau 36 : Modèles prédictifs des directives internationales.

Guideline	Charge à rupture	Longueur de travail efficace
fib Model Code 2010	$P_u = k_b . b_f . \sqrt{0.125 \cdot E_f . t_f . {f_{tcm}}^{2/3}}$ avec $k_b = \sqrt{\frac{2-(b_f/b_c)}{1+(b_f/b_c)}} \geq 1$	$L_e = \sqrt{\frac{E_f . t_f}{2 . f_{tcm}}}$
SIA 166 (Suisse)	$P_u = 0.5 \cdot b_f . \sqrt{E_f . t_f . f_{tcm}}$	$L_e = \frac{3\pi}{16} \cdot \sqrt{\frac{E_f . t_f}{f_{tcm}}}$
fib Bulletin 14	$P_u = \alpha . c_1 . k_c . k_b . b_f . \sqrt{E_f . t_f . f_{tcm}}$ avec $k_b = 1.06 \sqrt{\frac{2-(b_f/b_c)}{1+(b_f/b_c)}} \geq 1$	$L_e = \sqrt{\frac{E_f . t_f}{c_2 . f_{tcm}}}$
TR55 (Angleterre)	$P_u = 0.5 \cdot k_b \cdot b_f \cdot \sqrt{E_f \cdot t_f \cdot f_{tcm}}$ avec $k_b = 1.06 \sqrt{\frac{2-(b_f/b_c)}{1+(b_f/400)}} \geq 1$ α ≈ 0.9 est un facteur qui rend compte de l'influence des fissurations inclinées, k_c est un facteur qui traduit l'état de compacité du béton (généralement égal à 1), k_b est un facteur géométrique. Les coefficients c_1 et c_2 peuvent être trouvés par calibration.	$L_e = 0.7 \cdot \sqrt{\frac{E_f . t_f}{c_2 . f_{tcm}}}$
CNR DT-200 (Italie)	$P_u = b_f . \sqrt{0.06 \cdot E_f \cdot t_f \cdot k_B \cdot (f_c \cdot f_{tcm})^{1/2}}$ avec $k_b = \sqrt{\frac{2-(b_f/b_c)}{1+(b_f/400)}} \geq 1$	$L_e = \sqrt{\frac{E_f . t_f}{2 . f_{tcm}}}$

Bilan des modèles prédictifs à rupture en cisaillement :

- Les résultats des modèles de prédiction de la charge à rupture confirment l'existence d'une longueur d'ancrage efficace.
- Il existe de nombreux modèles du comportement de contrainte locale-glissement à l'interface entre le composite de renfort et le support béton. Presque tous se basent sur la mécanique de rupture d'adhérence-glissement.
- La plupart des modèles proposent des coefficients de calibration pour des composites à fibres de carbone, plus rarement de verre ou d'aramide. La justesse et la calibration des modèles dépend des conditions expérimentales, dimensions des éprouvettes, composite et béton utilisé.
- La qualité des différents modèles a été évaluée par de nombreuses études comparant les prédictions avec des résultats expérimentaux, assurant la pertinence des modèles retenus par les différentes directives internationales.

3.2 Procédure d'essai de travail de l'interface en cisaillement

Comme nous l'avons vu précédemment, le matériau de renfort pour le collage extérieur de structures en béton se doit non seulement de présenter des propriétés mécaniques adéquates, mais aussi d'avoir une adhérence sur le support béton suffisante pour transmettre les contraintes subies par la structure aux fibres de renfort. L'étude bibliographique souligne l'importance du choix du test d'adhérence sur la pertinence des résultats. Les essais d'adhérence par cisaillement de l'interface apparaissent comme étant les essais les plus représentatifs de l'effort subi par l'interface sur structure. Ces essais donnent accès lorsqu'ils sont bien instrumentés à des informations clés sur le comportement de l'interface qui permet de comprendre la distribution des contraintes et des déformations et ainsi de dimensionner au plus juste le composite nécessaire au renforcement.

L'essai de traction–cisaillement doit permettre de déterminer les lois de comportement en cisaillement du joint de colle en statique, en fluage et en fatigue. Même si les tests de cisaillement à simple recouvrement sont bien plus largement exploités dans la littérature, le comportement du joint de colle dans cette configuration semble varier significativement d'une expérience à l'autre. Par conséquent il n'existe toujours pas de formule complète qui permettrait de prévoir avec précision le comportement général de liaison entre le béton et le composite de renfort. La raison possible de ces écarts peut être attribuée aux installations des essais à simple recouvrement, dans lesquels l'interface peut très rapidement être soumise à des contraintes normales en plus des contraintes de cisaillement, dû à des mouvements hors plan (Abdel Baky 2012, Hadigheh 2015a). Les tests de cisaillement par double recouvrement semblent présenter des réponses plus cohérentes et comparables entre elles.

Pour ces raisons les essais de cisaillement du joint de colle ont été effectués selon l'essai de cisaillement à double recouvrement développé par E. Ferrier lors de sa thèse (1999) pour reproduire les efforts de cisaillement subi par l'interface lors d'une rupture par fissuration intermédiaire. Cette configuration d'essai a été exploitée pour de nombreuses études au sein du laboratoire au cours des dernières années (thèses E. Ferrier 1999, S. Marouani 2007, L. Michel 2007, C. Meaud 2012, articles Ferrier 2001, 2010, 2011…) ce qui nous offre une expertise et des possibilités de comparaison essentielles.

3.2.1 Mise en œuvre et instrumentation des essais de cisaillement à double recouvrement

Deux blocs de béton sont assemblés par deux bandes composites collées sur deux faces opposées. Un effort de traction est appliqué aux blocs de béton ce qui induit un effort de cisaillement à l'interface composite-béton. L'instrumentation de l'essai doit permettre de mesurer le déplacement différentiel se produisant entre le composite et le béton. L'objectif est donc de pouvoir quantifier le déplacement se produisant entre les deux blocs de béton, qui est dû à la fois au glissement différentiel entre le composite et le béton, et à l'allongement du composite non collé en partie centrale.

Deux capteurs de déplacement LVDT mesurent la distance entre les blocs à chaque côté de l'intervalle (ΔL_1). L'augmentation de cette distance est due à l'allongement du composite (ΔL_2) et le glissement entre le composite et le support béton (ΔL). Le glissement moyen (γ) des deux joints de recouvrement est calculé en divisant le déplacement de glissement par l'épaisseur (s) du joint de colle. L'expression des contraintes moyennes en fonction des déformations de cisaillement moyennes permet, pour chaque niveau de chargement, d'établir une relation entre la contrainte moyenne et le glissement moyen $\tau=f(\gamma)$ définie comme étant la loi de comportement en cisaillement de l'interface.

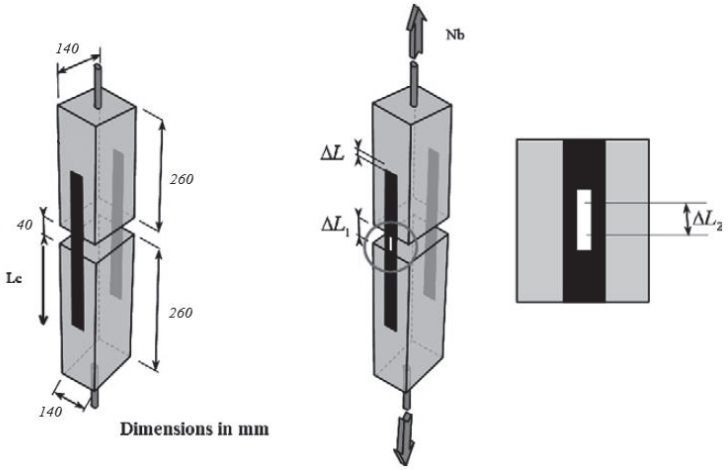


Figure 77 : Schéma du dispositif de l'essai de cisaillement à double recouvrement.

Les blocs de bétons de dimensions 140 x 140 x 260 mm^3 sont coulés deux à deux dans des moules métalliques avec un élément de séparation en mousse polystyrène d'épaisseur 40 mm. Chaque bloc est muni d'une tige filetée en acier de 20 mm de diamètres de 250 mm de longueur. Les tiges sont reliées entre les deux blocs de béton par un boulon central, qui assure le maniement de l'ensemble sans effets de flexion avant l'essai de traction. Des boulons supplémentaires assurent l'étanchéité des moules au niveau de l'insertion des tiges, et un boulon central assure le grip qui permettront de transmettre l'effort de traction.

(a) (b)

Figure 78 : Réalisation des supports béton, (a) moules avec tiges métalliques, (b) après coulage.

Le béton est de type B30 avec une résistance en compression moyenne de 35 MPa, correspondant à une résistance en traction de surface de 2.2 MPa. Il est préparé suivant la norme NF EN 18-422, et laissé durcir pendant au moins 28 jours. Avant l'application du composite, la surface du béton est traitée par ponçage mécanique avec un disque abrasif.

Les blocs de béton sont maintenus à la verticale lors de la stratification des composites sur les deux faces latérales des blocs.

Pour les composites stratifiés au contact, une première couche de primaire Eponal 342 ® très liquide est appliquée afin d'assurer une bonne imprégnation du support. Une couche de résine Epx TFC ® plus visqueuse est appliquée. Les bandes de tissus de lin sont ensuite imprégnées une à une de résine Eponal 342 ® au pinceau et placées sur le support béton dans la direction principale des fibres. Entre chaque pli, le composite est marouflé afin d'évacuer les bulles d'air et l'excès de résine. Lorsque nécessaire, si la bande de tissus de lin n'adhère pas correctement aux plis inférieurs (à partir de 3-4 plis), une couche de résine Epx TFC ® plus visqueuse est appliquée avant d'ajouter le pli supplémentaire.

Pour le composite préfabriqué par thermocompression, les lamelles sont abrasées du côté à coller par papier de verre pour améliorer l'ancrage la résine. La résine Sikadur 330 est appliquée à la fois sur le support béton pour bien imprégner les rugosités de surface et sur la lamelle. Les lamelles sont ensuite plaquées sur le support et écrasées afin d'évacuer la résine excessive.

(a)

(b)

Figure 79 : Renforcement des blocs béton par (a) Stratification au contact, (b) Collage des composites préfabriqués par thermocompression.

Les résines sont laissées durcir pendant au moins 7 jours en conditions ambiantes, ~20°C et 50% humidité de l'air. Avant le début de l'essai la partie centrale en polystyrène est enlevée et le boulon central reliant les deux barres métalliques est décalé sur l'une des deux barres, afin que les deux barres ne soient plus reliées entre elles. Les deux blocs de béton ne sont donc plus que reliés par les deux bandes composites.

L'essai de traction-cisaillement est effectué sur la machine de traction universelle Zwick introduite en Partie 2 à une vitesse de chargement est de 1 mm/min. L'essai est conduit jusqu'à rupture de l'éprouvette ou décollage du composite. Lors de l'essai, l'écartement des deux blocs ($\Delta L1$) est enregistré en continu par deux capteurs de déplacement de type LVDT de course ± 5

mm de précision 10^{-4} situés de chaque côté de l'interface entre les blocs de béton. La mesure des déformations du composite est effectuée par des jauges de déformation KYOWA de 10 mm et de résistance 120.0 ± 0.2 Ω. Les jauges de déformations sont réparties selon le schéma ci-dessous, sur une des faces uniquement en partie centrale, et sur l'autre face en partie centrale et à 10 mm - 40 mm - 70 mm - 120 mm -170 mm à partir du bord du bloc de béton.

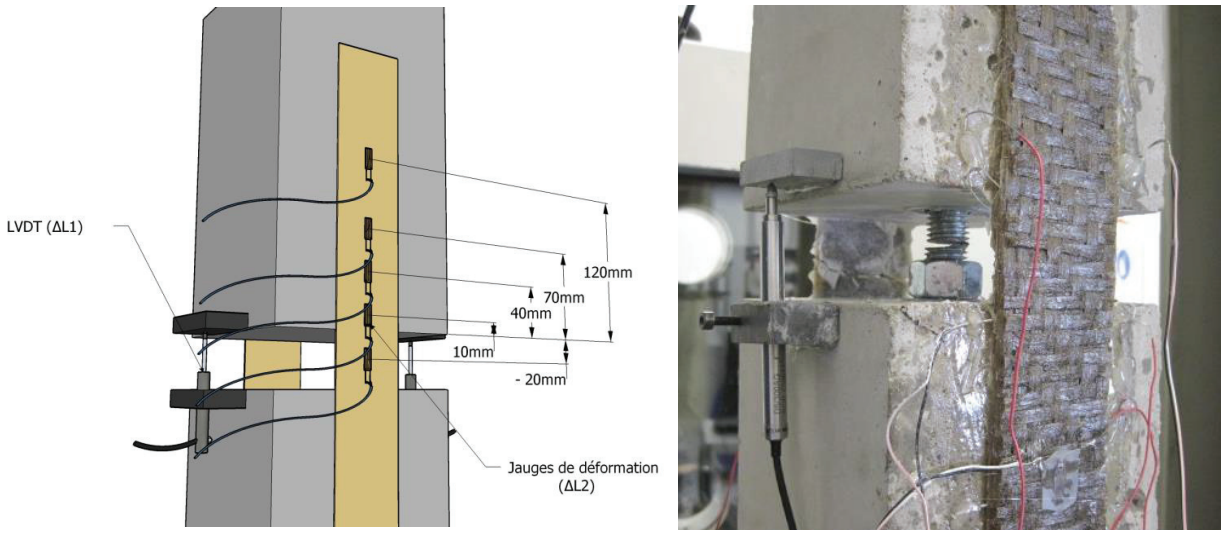


Figure 80 : Distribution des jauges de déformation le long du composite.

Après l'essai de traction-cisaillement, la force à rupture en traction de la surface des supports béton est déterminée par pastillage. Cette valeur permettra de vérifier l'évolution des propriétés du béton et déterminer quel est l'impact du vieillissement du béton et du composite sur l'évolution des propriétés de l'interface.

3.2.2 Méthode d'exploitation de l'essai de cisaillement à double recouvrement

- **Comportement de contrainte moyenne - déplacement**

La contrainte moyenne appliquée au joint de colle est établie par la relation suivante :

$$\tau_{ad,u} = \frac{F}{S_{collage}} \text{ (MPa)} \qquad \text{(Eq 2.13)}$$

Avec $\tau_{ad,u}$ la contrainte moyenne ultime, F l'effort repris par un plat composite et $S_{collage}$ la surface de collage.

La déformation de cisaillement (γ_{ad}) est calculée par la relation suivante avec $t_{ad,u}$ l'épaisseur du joint de colle et ($\Delta L_1 - \Delta L_2$) le déplacement moyen du joint de colle :

$$\gamma_{ad} = \frac{\Delta L_1 - \Delta L_2}{2 \cdot t_{ad}} \text{ (m/m)} \qquad \text{(Eq 2.14)}$$

Le module de cisaillement G_{ad} de l'interface est évalué par la relation suivante sur la partie linéaire:

$$G_{ad} = \frac{\tau_{ad}}{\gamma_{ad}} \text{(MPa)} \qquad \text{(Eq 2.15)}$$

- **Distribution des contraintes le long du composite**

Les contraintes locales le long du composite sont calculées comme la contrainte moyenne dans l'épaisseur du composite entre deux jauges de déformation de la façon suivante :

$$F = \sigma . S = \left(E_f . \varepsilon_f\right) . \left(b_f . t_f\right)$$

$$\tau = \frac{\Delta F}{b_f . \Delta x} = \frac{E_f . \Delta\varepsilon_f . b_f . t_f}{b_f . \Delta x} = E_f . \frac{\Delta\varepsilon_f . t_f}{\Delta x} \qquad \text{(Eq 2.16)}$$

Avec τ la contrainte locale, b_f largeur du composite, t_f l'épaisseur du composite, E_f le module élastique du composite, $\Delta\varepsilon_f$ la déformation du composite entre les deux jauges et Δx distance entre les deux jauges.

Par défaut l'épaisseur du joint de colle est prise égal à 0.3 mm pour les composites stratifiés au contact. Pour les composites rigides, le joint de colle est usuellement pris égal à 1mm. Toutefois dans notre cas, l'épaisseur du joint de colle a pu être mesurée par pied à coulisse et est égale à 0.6mm.

3.3 Comportement en cisaillement de l'interface béton-composites lin

Les essais de cisaillement à double recouvrement ont été développés pour des composites de renfort principalement à fibres de carbone (CFRP). Lorsque soumis à un effort de cisaillement, les renforcements CFRP se décollent habituellement avant la rupture du composite en raison de leurs très hautes propriétés mécaniques, de contrainte et surtout de module (Ferrier 2010). Les composites à fibres de lin (FFRP) tout comme les composites à fibres de verre (GFRP) peuvent rompre avant la décohésion de l'interface si les composites ne présentent pas les caractéristiques mécaniques ne sont pas suffisamment élevées.

Afin de caractériser convenablement l'interface composite-béton et visualiser toutes les différentes étapes de la rupture de l'interface, les essais doivent être dimensionnés de façon à obtenir une rupture de l'interface, si possible dans le support béton si l'adhérence avec le support est suffisante.

3.3.1 Adaptation du dimensionnement de l'essai de cisaillement

Pour cela des essais exploratoires ont été effectués avec un nombre croissant de plis du tissu de renfort jusqu'à rupture du support béton afin de déterminer le nombre de plis nécessaire pour obtenir une rupture dans le béton. Une série d'essais de cisaillement à double recouvrement a été ainsi effectuée avec le composite stratifié au contact renforcé par le tissu Sergé 350 g/m^2 et les résines (Epx TFC/Eponal 342) avec 1, 3 et 4 plis. Une seule éprouvette a été réalisée pour chaque essai.

Tableau 37 : Caractéristiques des composites stratifiés au contact avec le tissu Sergé 350 g/m² lors des essais de cisaillement à double recouvrement.

Composite	S350-x1	S350-x3	S350-x4
Tissu	Lin Sergé 350 g/m²	Lin Sergé 350 g/m²	Lin Sergé 350 g/m²
Nombre plis	1	3	4
Module, E_1(GPa)	21.5	21.5	21.5
Module, E_2(GPa)	12.5	12.5	12.5
Contrainte, σ_f (MPa)	170	170	170
Force tensile, ξ_f (kN/cm)	0.84	2.47	3.50
Allongement à rupture, %	1.1	1.3	1.3
Epaisseur nette t_f(mm)	0.49	1.47	1.96
Epaisseur réelle $t_{f,r}$ (mm)	2.5	4.4	6.0

Les essais ont été menés en respectant les recommandations de l'AFGC (2011) qui préconisent une largeur de bande de 60 mm et une longueur d'ancrage de 200 mm pour les composites stratifiés au contact. Les résultats des essais de cisaillement sont rassemblés dans le tableau ci-dessous.

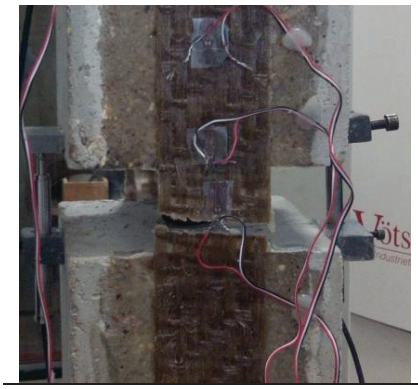
Tableau 38 : Résultats des essais de traction-cisaillement avec le composite Sergé 350 g/m².

Composite	Largeur composite b_f (mm)	Longueur d'ancrage L_{anch} (mm)	Spécimen	Charge à rupture $P_{u\,exp}$ (kN)	Contrainte cisaillement $\tau_{adh,u}$ (MPa)	Déformation cisaillement $\gamma_{adh,u}$ (%)
S350-x1			1	0.8	0.35	0.6
S350-x3	60	200	1	22.1	0.98	0.9
S350-x4			1	30.1	1.33	1.6

- **Analyse du comportement global et local de l'interface**

Le mode de rupture passe d'une rupture du composite sans fissuration du support pour l'éprouvette avec le composite S350 (x1) à une rupture du support béton. L'éprouvette avec le composite S350 (x3) a rompu dans le composite suivi d'une rupture du béton du côté de la bande. Sur le côté opposé des fissurations sont clairement visibles et un morceau de béton près de l'extrémité chargée a été entraîné, comme décrit par Chajes (1996), bien qu'il n'y ait pas de rupture visible du composite. L'éprouvette avec le composite S350 (x4) a rompu dans le béton sans rupture visible du composite. L'essai a été arrêté avant qu'il n'y ait entrainement du support béton ou rupture du composite.

Tableau 39 : Photos des profils de rupture des éprouvettes de cisaillement renforcées par composite Sergé 350 g/m².

Sergé 350 (x1)	Sergé 350 (x3)	Sergé 350 (x4)
Rupture composite	Rupture composite /début fissures interface	Délamination dans béton + rupture composite
		

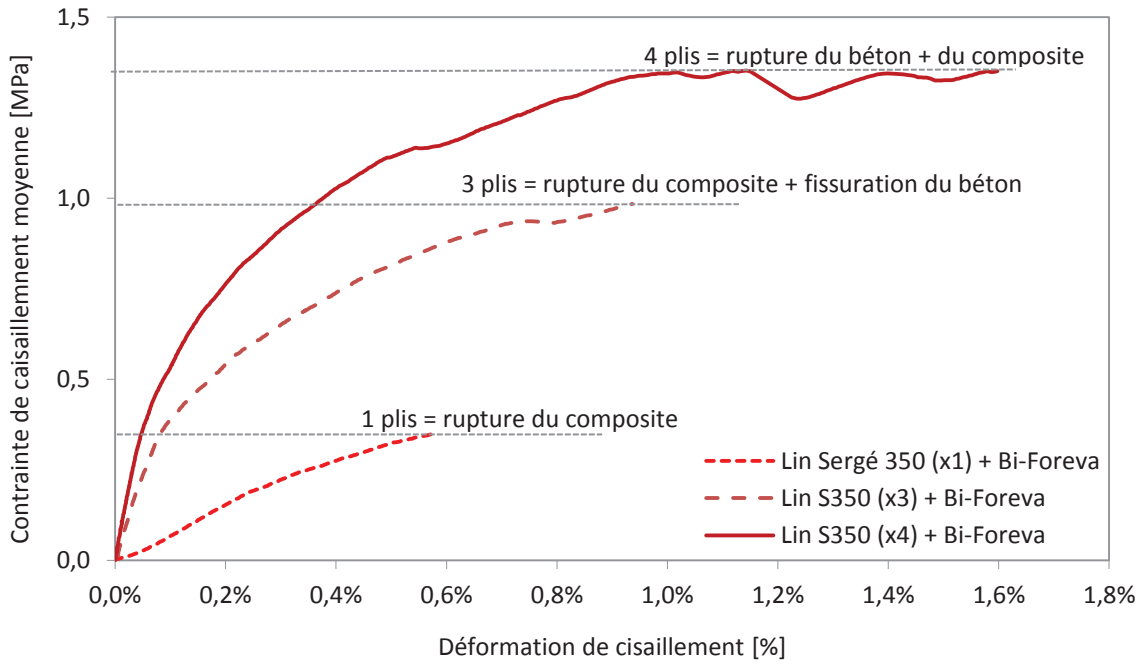


Figure 81 : Courbes de contrainte moyenne-déformation en cisaillement pour le composite renforcé par le tissu lin Sergé 350 g/m².

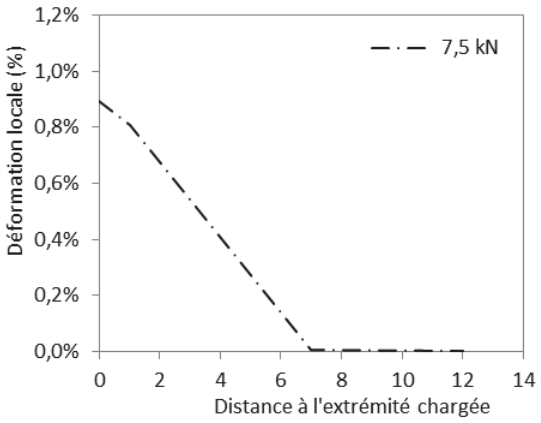
La représentation des courbes de cisaillement moyen en Figure 81 fait apparaître pour le composite avec 4 plis la phase de rupture pendant laquelle la contrainte appliquée n'augmente plus. Dans ce cas le support béton devient l'élément limitant du système, la contrainte appliquée ne peut aller au-delà de cette valeur. La représentation des courbes de cisaillement moyen sur un même graphique permet de visualiser la rupture prématurée des composites à 1 et 3 plis avant la rupture du béton.

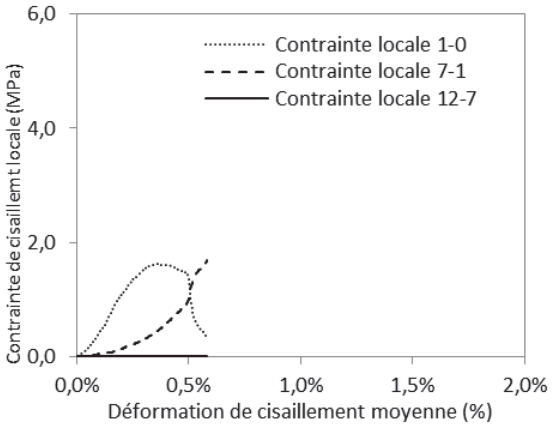
Tableau 40 : Déformation du composite en fonction de la distance au bord du support, et contraintes locales

Déformations le long du composite

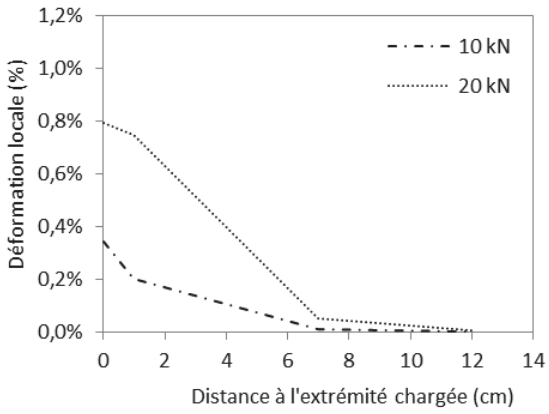
Contraintes locales le long du composite.

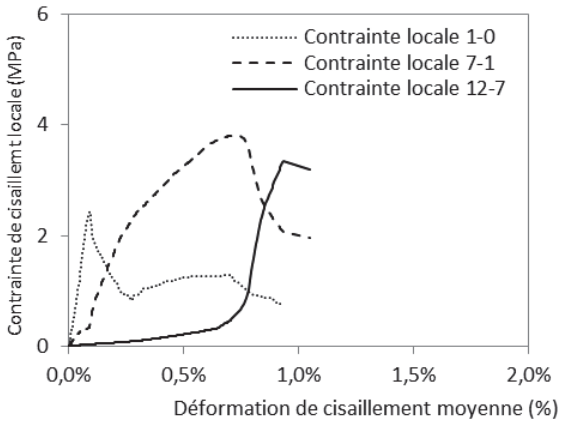
Composite lin S350-x1



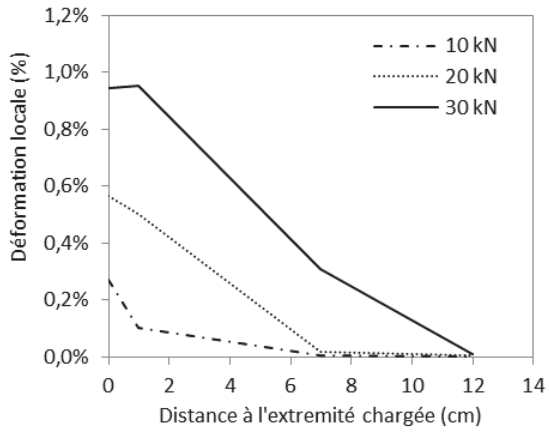


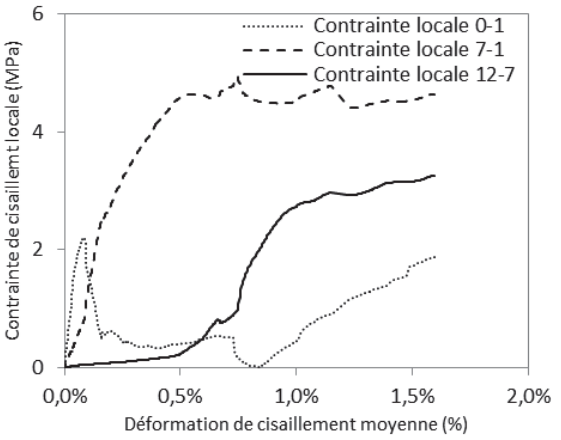
Composite lin S350-x3





Composite lin S350-x4





Les jauges disposées le long du composite en partie collée montrent que le joint de colle transmet les efforts du composite au béton sur les premiers centimètres près de l'extrémité chargée. Quel que soit le nombre de plis, et donc l'épaisseur tf du composite, au-delà de 7 cm du bord du support la déformation devient négligeable. Cette observation permet de conclure que la longueur d'ancrage est bien supérieure à la longueur d'ancrage efficace dans le cas du

composite renforcé par le tissu Sergé 350 g/m^2. La déformation le long du composite présente des valeurs comparables peu avant rupture du système pour les trois composites.

L'observation de l'évolution des contraintes locales en fonction de la déformation de cisaillement γ_{ad} montre par contre que la contrainte maximale subie le long du composite avant rupture augmente avec l'effort tensile du composite. En effet dans le cas des composites à 1 et 3 plis, la rupture du composite se produit avant que la dégradation de l'interface conduise à un déplacement progressif de la zone de travail de la longueur d'ancrage.

- **Détermination de l'épaisseur de composite nécessaire**

Pour une largeur de bande composite de 60 mm, la rupture du système s'est produite à une force de 30 kN. La force appliquée ne peut aller au-delà de cette valeur puisqu'il y a fissuration du béton et rupture de l'interface avant la rupture du composite. Or toujours selon les recommandations de l'AFGC (2011), les tests devraient être dimensionnés de façon à solliciter le renfort en partie centrale à 70% de la contrainte à rupture du composite σ_u. La force est subie par le composite comme une contrainte de traction, ainsi la contrainte est bien calculée selon :

$$\sigma_u = \frac{F}{ep \cdot b_f} \qquad \text{(Eq 2.17)}$$

Les résultats de la caractérisation mécanique des composites a mis en évidence que les valeurs de contrainte et module calculées à partir de l'aire nette, restreinte à l'épaisseur des fibres, sont indépendants du nombre de plis. Un calcul permet donc de déterminer l'épaisseur de composite nécessaire pour solliciter le composite à une contrainte de 70% σ_u en partie centrale avec ep l'épaisseur "nette" et F la force à rupture du système.

$$ep = \frac{F}{70\% \cdot \sigma_u \cdot b_f} \qquad \text{(Eq 2.18)}$$

3.3.2 Caractérisation de l'interface béton/ composites à fibres de lin

La caractérisation de l'interface béton-composite a été menée avec deux composites stratifiés au contact à fibres de lin différents, bidirectionnel Sergé 600 g/m^2 et unidirectionnel UD 220 g/m^2, et le composite lin rigide préfabriqué par thermocompression UD400 g/m^2 (x4). Afin de déterminer l'impact de la nature des fibres de renfort sur le comportement des essais ont été menés en parallèle avec le composite bidirectionnel à fibres de verre bidirectionnel 2D 300 g/m^2.

Les dimensions des longueurs d'ancrage et des largeurs de bande varient légèrement en conséquence des conditionnements des fibres. La force à rupture du système est toutefois considérée constante égale à 30kN pour les calculs de dimensionnement. L'application des calculs de dimensionnement de l'épaisseur de composite nécessaire sont réunis dans le Tableau 41.

Tableau 41 : Epaisseur théorique du composite pour une sollicitation à 70% en partie centrale à rupture.

Composite	σ_u (MPa)	b_f (mm)	ep $_{théorique}$ (mm)	Nb plis	ep $_{nette}$ (mm)
Lin UD 220g/m^2	160	70	1.91	4	1.96
Lin Sergé 600g/m^2	180	60	1.89	3	1.89
Verre 2D 300g/m^2	550	70	0.55	3	0.75

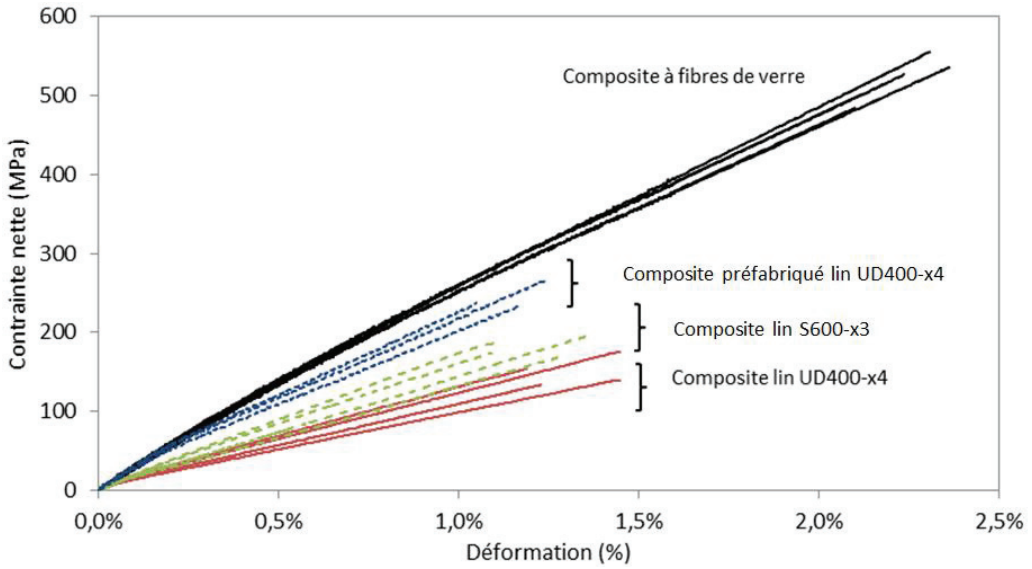


Figure 82 : Courbes de contrainte-déformation des composites retenus pour les essais de cisaillement.

Selon les recommandations de l'AFGC (2011) la largeur des bandes est fixée à 20 mm dans le cas de plats rigides de renfort pultrudé. Le composite lin préfabriqué par thermocompression présente toutefois des propriétés mécaniques bien inférieures aux propriétés usuelles des plats pultrudés à fibres de carbone, comparables aux composites stratifiés au contact. Pour des raisons techniques de dimensions des plaques, la largeur des bandes est fixée à 55 mm. Le Tableau 2.27 résume les propriétés des composites utilisés pour les essais de cisaillement :

Tableau 42: Caractéristiques des composites des essais de cisaillement à double recouvrement.

Composite	S600-x3	UD220-x4	V300-x4	Préfabriqué Lin
Tissu	Lin Sergé 600 g/m^2	Lin UD 220 g/m^2	Verre 2D 300 g/m^2	Lin UD 400 g/m^2
Nombre plis	3	4	4	4
Module, E1(GPa)	20.0	18.0	35.0	28.0
Module, E2(GPa)	15.0	12.0	-	19.0
Contrainte, σf (MPa)	180	160	550	220
Force tensile, ξf (kN/cm)	3.40	2.90	5.00	5.00
Déformation (%)	1.20	1.25	2.2	1.25
Epaisseur nette tf(mm)	1.89	1.96	1.0	-
Epaisseur réelle tf,r (mm)	6.5	4.0	2.1	2.25

(a) Lin UD220-x4 (b) Lin S600-x3 (c) Verre 300-x4 (d) Lin préfabriqué

Figure 83 : Apparence des éprouvettes de cisaillement avant essais.

Les essais ont été menés avec 2 à 4 éprouvettes pour chaque type de composite. Le Tableau 43 résume les résultats obtenus pour les différents tests. La vérification a posteriori d'effort appliqué au composite en partie centrale valide les calculs de dimensionnement. Lors de la rupture les composites S600-x3 et UD220-x4 ont été sollicités en partie centrale à 73%, le composite V300-x4 à 42% et le composite préfabriqué à 65%.

Tableau 43 : Résultats des essais de cisaillement à double recouvrement pour les composite stratifiés au contact.

	Largeur composite b_f (mm)	Longueur d'ancrage L_{anch} (mm)	Spécimen	Charge à rupture $P_{u\ exp}$ (kN)	Contrainte cisaillement $\tau_{adh,u}$ (MPa)	Déformation cisaillement $\gamma_{adh,u}$ (%)
Lin S600-x3	60	210	1	31.0	1.22	1.34
			2	30.7	1.20	1.13
			3	30.8	1.21	1.74
			4	31.2	1.23	1.60
			Moyenne	**30.9** (±0.2)	**1.22** (±0.02)	**1.45** (±0.31)
Lin UD 220-x4	70	200	1	29.3	1.25	-
			2	31.2	1.24	1.45
			3	35.4	1.35	1.25
			Moyenne	**32.0** (±3.3)	**1.22** (±0.13)	**1.35** (±0.10)
Verre 2D 300-x4	70	200	1	31.4	1.21	1.28
			2	34.0	1.24	1.64
			Moyenne	**32.6** (±1.6)	**1.22**(±0.2)	**1.46**(±0.18)
Lin préfabriqué UD400-x4	50	170	1	32.1	1.33	0.63
			2	32.7	1.35	0.71
			Moyenne	**32.4** (±0.3)	**1.34** (±0.01)	**0.67** (±0.4)

- **Modes de rupture**

Tous les spécimens présentent un mode de rupture par cisaillement du béton suivi d'un décollement ou de la rupture du composite. Le béton est donc ici l'élément faible du système, en effet les fissurations dans le béton apparaissent vers la fin de l'essai avant la rupture du composite. En conséquence la charge à rupture dépend presque entièrement des propriétés mécaniques du béton. La résistance en cisaillement moyenne pour tous les renforcements stratifiés au contact est de 1.22 MPa et la déformation moyenne à rupture est de 1.3 %. Pour le composite rigide tous les spécimens présentent un mode de rupture par rupture du béton suivi d'un décollement du composite avec entrainement d'une couche de béton de quelques millimètres. La résistance en cisaillement moyenne est de 1.34 MPa et la déformation moyenne à rupture est de 0.67 %.

Lors de la rupture un morceau de béton près de l'extrémité chargée est entrainé avec le composite similairement aux descriptions de Chajes et al. (1996) et Lu et al. (2005). Ce cône d'entrainement présente une épaisseur de 4-6 cm et une longueur de 4-8 cm pour le composite Lin S600-x3, une épaisseur de 2-3 cm et une longueur de 3-5 cm pour le composite Lin UD220-x4, et une épaisseur de 2-3 cm et une longueur de 1-4 cm pour le composite Verre 300-x4. Les différences notables entre les deux types de renfort lin stratifiés au contact sont les propriétés mécaniques (module et force tensile) légèrement plus élevées du composite S600-x4 et le fait que le tissu Sergé soit bidirectionnel. Les fibres alignées dans la direction perpendiculaire à l'effort appliqué pourraient offrir une meilleure adhérence au support béton et être moins sujettes à décollement et ainsi expliquer l'entraînement à rupture d'un morceau de béton plus conséquent qu'avec le tissu UD.

(a) Lin UD220-x4 (b) Lin S600-x3 (c) Verre 300-x4 (d) Lin préfabriqué

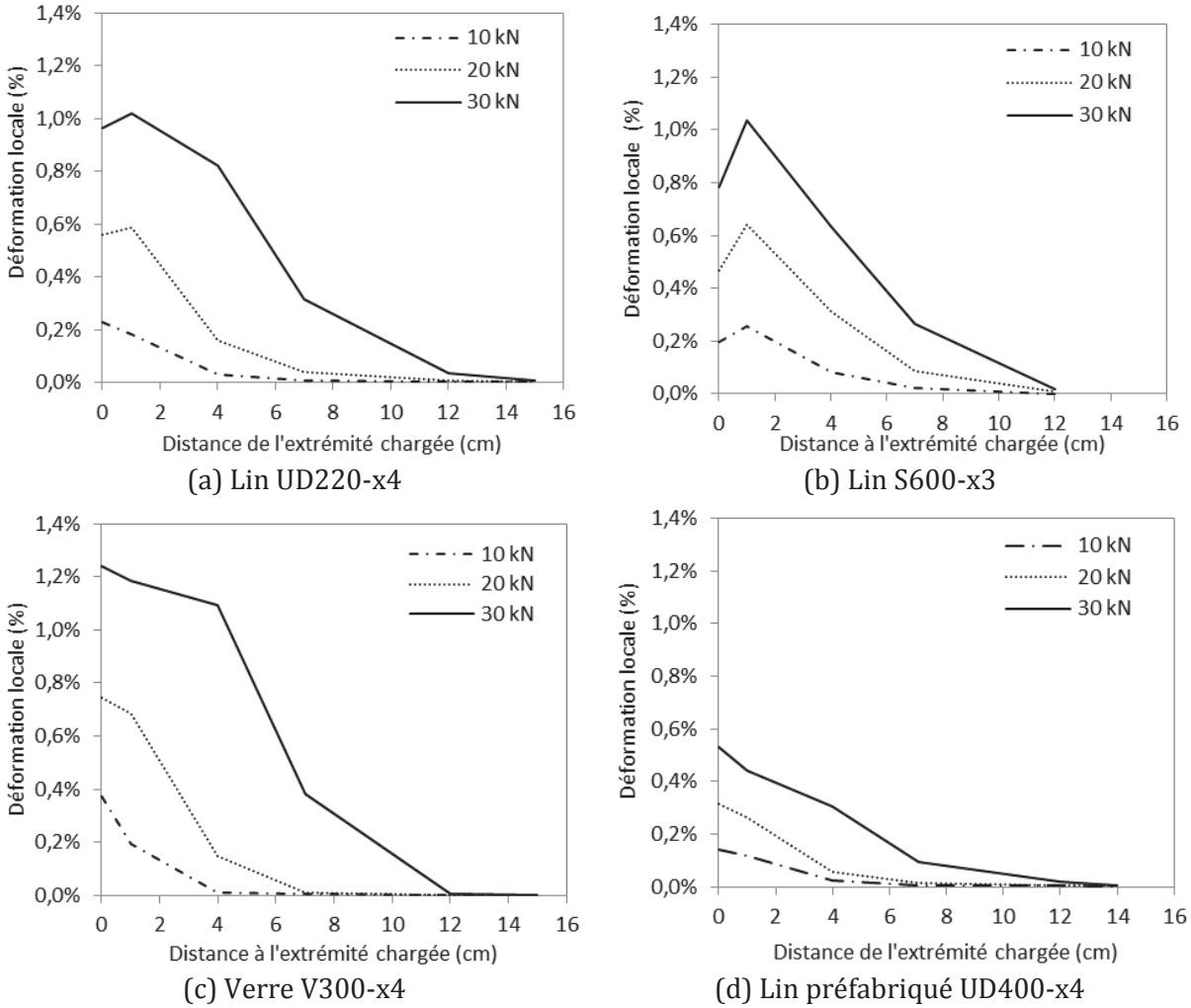
Figure 84 : Modes de rupture des différents composites

Toutefois l'essai de traction-cisaillement avec le composite S350-x4 présente des fissurations de même profondeur du support béton similaire à celles avec le composite UD220-x4 bien que le composite soit renforcé par une tissu bidirectionnel et présente des propriétés semblables au composite S600-x3. Les bandes composites n'ayant pas exactement la même largeur, ces résultats sont difficilement comparables. De même les fissurations observées avec le composite

de renfort V300-x4 sont moins profondes qu'avec le tissu S600-x3. L'explication pourrait être à chercher au niveau de la longueur d'ancrage efficace.

- **Longueur d'ancrage efficace**

Les déformations le long du composite en fonction de la distance à l'origine pour des valeurs croissantes de charge appliquée sont représentées dans la Figure 85 avec un exemple pour chaque type de renforcement. Les déformations se concentrent principalement du côté chargé du composite et diminuent jusqu'à devenir négligeables en s'éloignant du bord. Pour la plupart des essais, le maximum de déformation du composite ne se trouve pas dans la partie libre du composite entre les deux blocs de béton (x=0) mais bien au début de l'interface béton/composite. Au cours de l'endommagement de l'interface, les déformations augmentent et se propagent le long du composite.



(a) Lin UD220-x4 (b) Lin S600-x3

(c) Verre V300-x4 (d) Lin préfabriqué UD400-x4

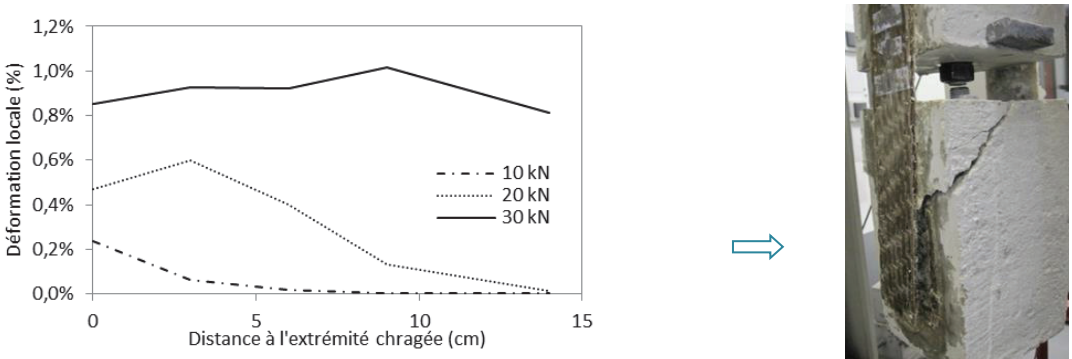
Figure 85 : Evolution des déformations le long des composites lors de l'essai de cisaillement.

La longueur d'ancrage efficace L_{eff} est la longueur de bande composite engagée de façon active dans la liaison sollicitée dans le domaine élastique de la réponse de l'interface en cisaillement avant l'apparition des premières fissurations. Pour le composite S600-x3 avant le début de l'endommagement des éprouvettes les déformations le long du composite sont négligeables au-delà de 6.0 cm du bord du bloc de béton. Pour le composite UD220-x4 L_{eff} se situe aux environs

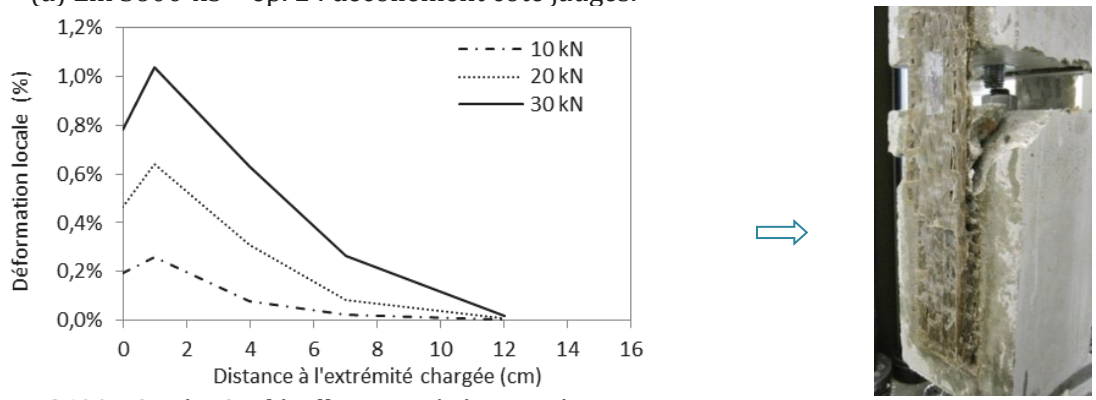
de 5.5 cm, et aux environ de 4.5 cm pour le composite V300-x4 et 7.0 cm pour le composite préfabriqué. Ces différences sont cohérentes avec les formules des modèles prédictifs, dans lesquelles la longueur d'ancrage efficace est généralement proportionnelle à $\sqrt{Ef.tf.}$ Le composite UD220-x4 présente un module E_f et une épaisseur t_f légèrement inférieure au composite S600-x3, de même que pour les composites à fibres de verre et préfabriqué lin.

Pour tous les composites stratifiés au contact, la déformation le long du composite présente des valeurs comparables peu avant rupture du système. La rupture du système a lieu à des déformations maximales du composite de 1.0-1.2 % proches des valeurs de déformation ultime des composites. Les déformations des éprouvettes avec le composite verre sont légèrement plus élevées d'environ 25%. Pour le composite préfabriqué rigide par contre les déformations le long du composite ne dépassent pas 0.5%. En effet par rapport au composite stratifiés au contact le composite préfabriqué est beaucoup plus rigide (module E_1 de 28 GPa par rapport à ~10 GPa en valeur réelle). Cela se traduit par des déformations beaucoup plus petites pour une même contrainte appliquée.

De plus les éprouvettes pour lesquelles le composite s'est décollé du côté où les jauges de déformations ont été placées, le profil des déformations reflètent bien le type de rupture du composite. En effet lorsque le composite se décolle à rupture, les déformations deviennent importantes jusqu'à l'extrémité non chargée du composite.



(a) Lin S600-x3 – ép. 2 : décollement côté jauges.



(b) Lin S600-x3 – ép. 3 : décollement côté opposé aux jauges.

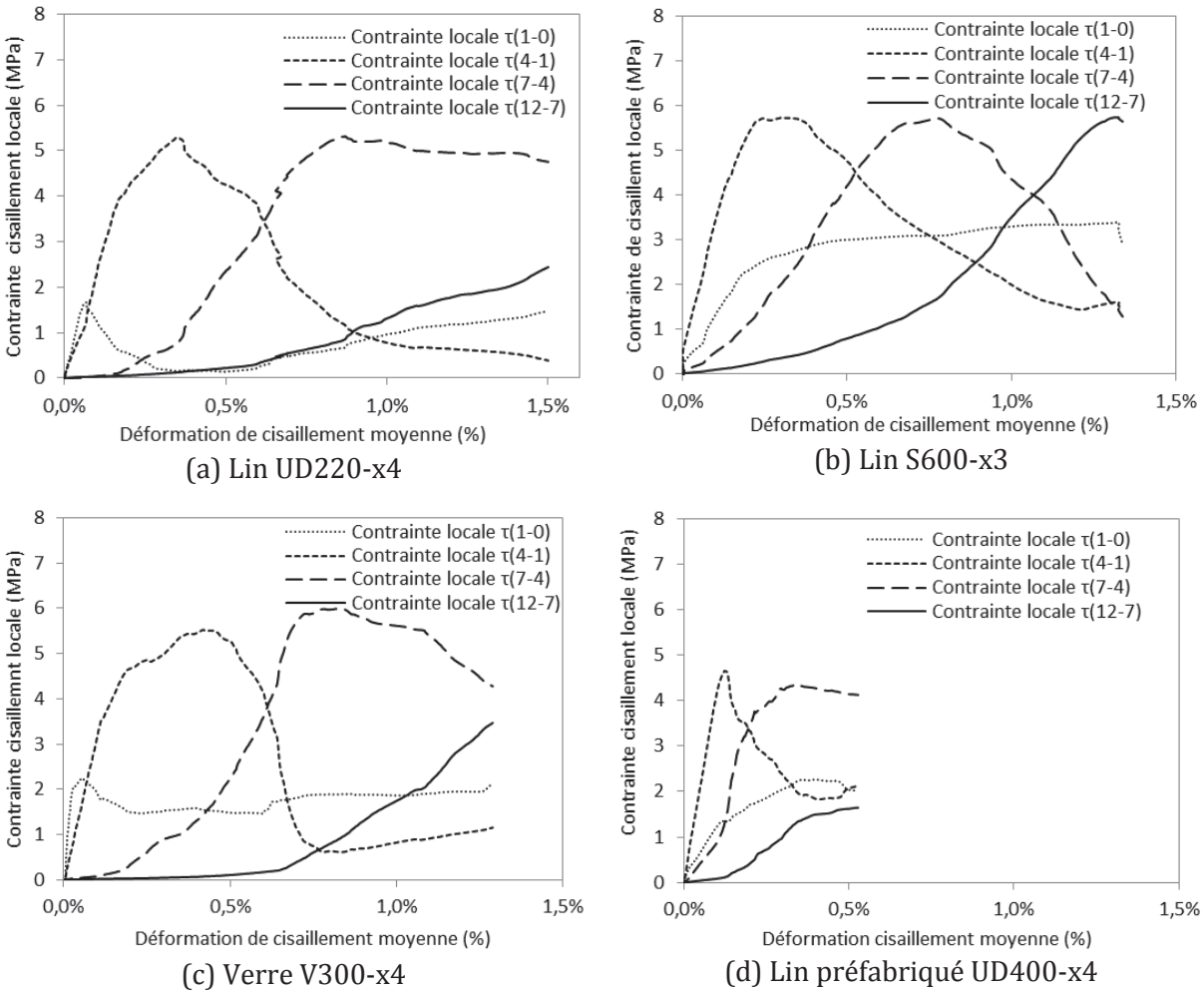
Figure 86 : Relation entre le mode de rupture et la répartition des déformations avant rupture.

- **Contraintes locales le long du composite**

La méthode de suivi des contraintes locales par jauges de déformation en quelques points discrets ne permet pas d'obtenir de courbes très précises contrairement à la corrélation

d'images, et ne peuvent pas rendre compte de l'asymétrie des contraintes dans le composite. Toutefois les résultats obtenus sont relativement reproductibles et confirment les observations précédentes.

Le suivi des contraintes locales le long du composite au cours de l'essai de la Figure 87 rassemble l'évolution des contraintes locales pour un spécimen de chaque type de composite. L'évolution des contraintes locales suit plus ou moins la réponse attendue avec dans un premier temps une phase élastique linéaire(I), suivie d'une phase d'endommagement (II) puis d'une phase de comportement post-pic adoucissant (III), bien que la première phase ne soit pas toujours bien linéaire.



(a) Lin UD220-x4

(b) Lin S600-x3

(c) Verre V300-x4

(d) Lin préfabriqué UD400-x4

Figure 87 : Evolution des contraintes locales lors de l'essai de cisaillement.

De plus comme décrit par Caggegi et al. (2015) il apparait que la contrainte locale maximale soit constante pour tous les essais. Pour les composites stratifiés au contact, lorsque la contrainte atteint une valeur d'environ 6 MPa la zone de transfert de charge se déplace depuis l'extrémité chargée vers le côté non chargé du composite au cours de l'essai. Cette valeur limite de contrainte locale semble être abaissée à ~4 MPa pour le composite stratifié au contact. Cette différence peut être due à la différence de la résine de collage utilisée avec le composite préfabriqué et/ou à la rigidité du composite qui induit une dégradation de l'interface plus rapide.

- **Comportement global en cisaillement des interfaces stratifiées au contact**

Le comportement global de l'interface peut être suivi en considérant la courbe de contrainte de cisaillement moyen en fonction de la déformation de cisaillement. Les courbes obtenues pour les différents spécimens sont rassemblées dans la Figure 88.

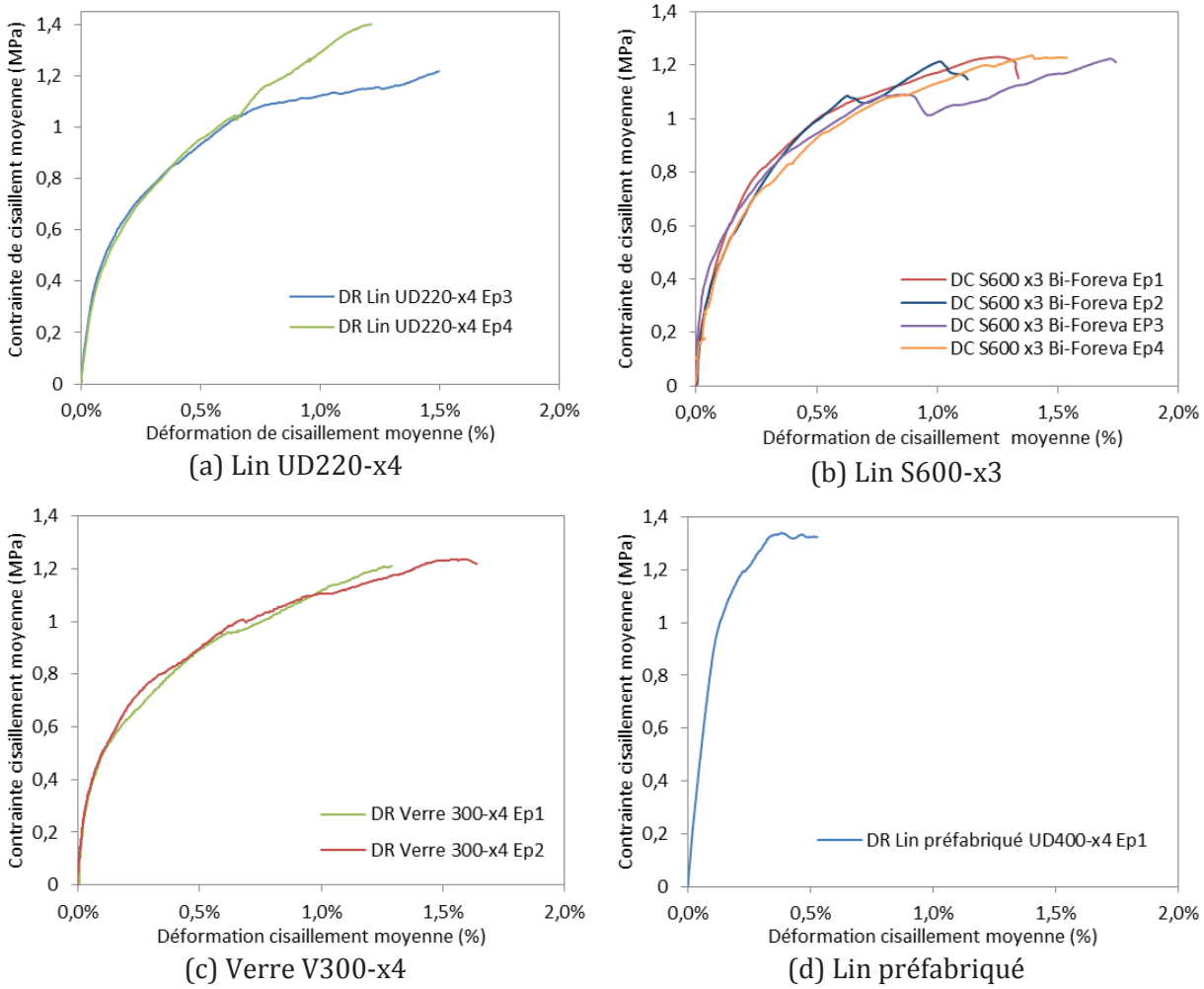


Figure 88 : Courbes de contrainte-déformation en cisaillement des interfaces composites/béton.

Les courbes de contrainte-déformation de cisaillement sont relativement reproductibles. Particulièrement pour les composites stratifiés au contact lin UD220-x4 et verre V300-x4 les parties initiales des courbes sont confondues. Un décalage se produit dans la seconde partie de la courbe lors du début de la rupture de l'interface. Toutes les courbes suivent le comportement décrit par Yuan et al. (2004) et Ferrier (1999) avec une partie initiale linéaire suivie d'une diminution de la pente et d'une seconde partie relativement linéaire jusqu'à la rupture de l'interface.

Pour les composites Lin UD220-x4, S600-x3 et Verre 300-x4 il n'y a pas de zone à contrainte constante en fin de courbe qui correspond à la rupture de l'interface dans le support béton. En effet bien que les éprouvettes aient été dimensionnées afin de solliciter le composite en partie centrale à 70%, après fissuration du béton la rupture se produit par la rupture du composite.

Ce mode de rupture n'est pas observé avec les composites de renfort à fibres de carbone dont la rigidité induit une rupture systématique par décollement. Pour les composites avec des fibres de renfort moins rigides comme les fibres de lin ou de verre, le dimensionnement du composite devrait certainement limiter la sollicitation centrale à 50-60% afin d'obtenir une rupture de l'interface.

- **Comparaison cisaillement moyen et somme des contraintes locales**

La Figure 89 représente sur une même courbe la contrainte de cisaillement moyenne et la courbe de la somme des contraintes locales. La courbe de la somme des contraintes locales sur le composite en fonction de la déformation moyenne suit exactement la même évolution que la contrainte de cisaillement moyenne de l'interface en fonction de la déformation moyenne. Les valeurs de contraintes moyennes sont obtenues à partir du capteur de force tandis que les contraintes locales sont mesurées à partir des jauges de déformation. Il n'y a donc a priori pas d'interdépendance entre les calculs de ces deux valeurs. La force totale appliquée au système est répartie en contrainte dans le composite. La somme des contraintes locales est toutefois plus élevée d'un facteur 10 que la contrainte moyenne. Une hypothèse pourrait être que à un temps donné, environ 10% de la longueur d'ancrage est activement sollicité dans la reprise de l'effort.

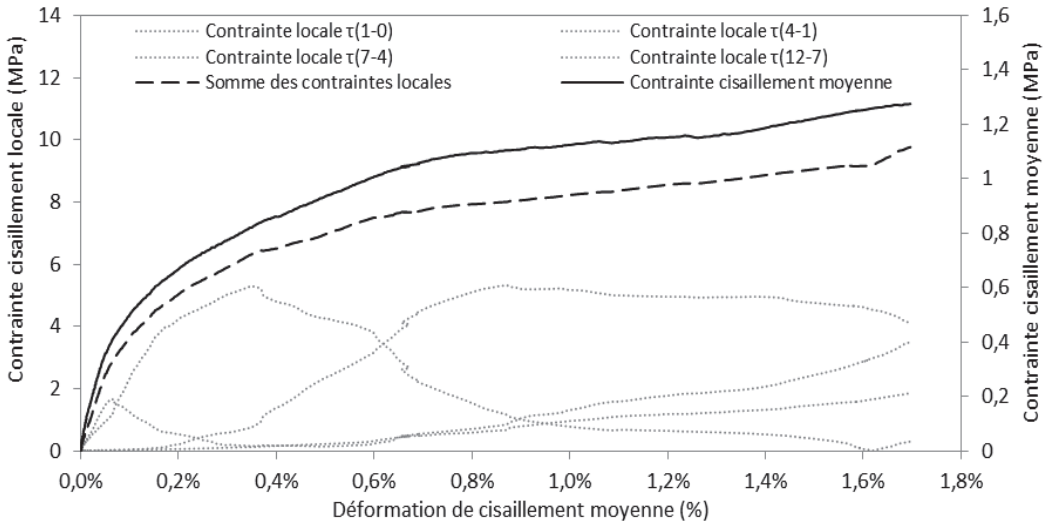


Figure 89 : Comparaison de la courbe de la somme des contraintes et de la contrainte moyenne de cisaillement en fonction de la déformation de cisaillement (Eprouvette 4 – UD220-x4).

De plus pour une déformation de cisaillement correspondant à la fin de la partie initiale linéaire de la courbe de contrainte de cisaillement moyen, il apparait que seules les contraintes locales entre 0-1 cm, et 1-4 cm du bord du bloc béton sont conséquentes. La longueur d'ancrage efficace correspondant à la longueur engagée lors de la réponse élastique de l'interface, cette observation confirme les valeurs des longueurs d'ancrage efficace déterminées précédemment.

3.3.3 Comparaison des résultats en cisaillement et détermination d'une loi de comportement

Le comportement de l'interface béton-composite à fibres de lin peut être modélisé par une loi de comportement. En effet la connaissance des caractéristiques d'un matériau se concrétise par

l'établissement d'une loi de comportement qui vise à modéliser les lois empiriques constatées. Ces lois de comportement sont nécessaires pour l'intégration du matériau dans les différents modèles de dimensionnement. Les lois de comportement conduisent souvent à une simplification de la réalité afin de faciliter leur exploitation, mais ne doivent pas conduire à des erreurs de dimensionnement dangereuses.

- **Comparaison des résultats en cisaillement de l'interface**

Le domaine initial des courbes de cisaillement obtenues avec les composites stratifiés au contact se chevauchent parfaitement dans la partie initiale linéaire de la courbe jusqu'à une contrainte de cisaillement de γ = 0.3 MPa. A partir de la fin de la partie linéaire, un léger décalage permet de distinguer les trois courbes. Cette observation soutiendrait l'hypothèse de Meaud et al. (2011) selon laquelle la première partie linéaire ne dépendrait que de la colle d'adhésion avec le support. Il s'agirait donc du travail en cisaillement du joint de colle uniquement, la déformation du composite en partie centrale étant soustraite dans le calcul de la déformation de cisaillement. La courbe obtenue avec le composite lin préfabriqué est elle aussi confondue en début de courbe mais la partie initiale linéaire se prolonge jusqu'à une contrainte de cisaillement de γ = 0.9 MPa.

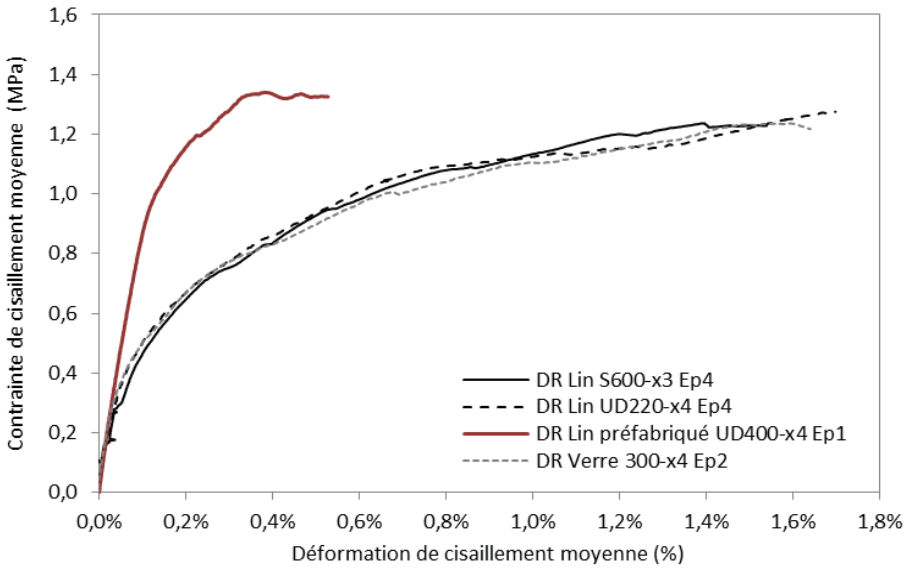


Figure 90 : Bilan des comportements observés en cisaillement de l'interface composite-béton.

Lorsque la rupture du renforcement a lieu par rupture du support béton comme c'est le cas pour ces essais, la contrainte ultime τ_u dépend directement des propriétés du béton. La déformation de cisaillement ultime γ_u semble toutefois différente pour chaque type composite. En effet la déformation de cisaillement ultime des composites stratifiés au contact ($\gamma_{strat\ contact} \approx 1.5\%$) est presque trois fois plus importante que la déformation de cisaillement avec le composite préfabriqué ($\gamma_{lin\ préfab} \approx 0.6\%$) ou que la déformation de cisaillement décrite par Ferrier et al. (2010) avec des renforcements à fibres de carbone ($\gamma_{carbone} \approx 0.4\%$) avec la même configuration d'essai.

- **Détermination d'une loi de comportement**

D'après les recommandations de l'AFGC (2011), le comportement de contrainte-déformation en cisaillement de l'interface entre le béton et les composites de renfort est caractérisée par une loi

non linéaire avec un domaine linéaire élastique initial. Le premier point (γ_e, τ_e) marque la limite du comportement élastique (I) et est défini sur la courbe par une variation significative (>10%) de la pente initiale. Cette limite est utilisée dans les calculs de dimensionnement comme la contrainte maximale admissible par le composite avant dégradation de l'interface. Le deuxième point (γ_u, τ_u) correspond à la rupture de l'échantillon. L'AFGC recommande de modéliser ce comportement par une loi bilinéaire avec le point (γ_e, τ_e) marquant le croisement des courbes de tendance initiale et finale. Une fois la contrainte maximale atteinte l'interface est considérée rompue et n'est donc plus prise en compte dans le modèle.

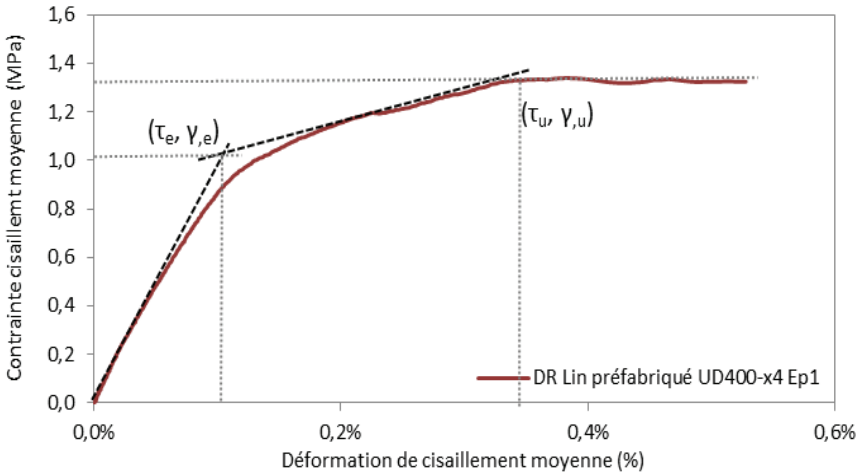


Figure 91 : Loi de comportement attendue de l'interface caractérisé en cisaillement des composites de renfort collés sur béton appliquées au composite lin préfabriqué (AFGC 2011).

La limite élastique (γ_e, τ_e) du joint de colle définit l'effort maximal admissible par le composite pour tenir compte de la longueur d'ancrage effective du renfort. Toutefois cette limite peut être sujette à discussion. En effet, ce point est déterminé selon les recommandations de l'AFGC comme étant le début de rupture du plan de collage, définie sur la courbe par une variation significative (supérieure à 10%) de la pente initiale du diagramme de contrainte-déformation de cisaillement. Or si pour les composites durs carbone ou le composite lin préfabriqué par thermocompression ce point correspond plus au moins au croisement des courbes de tendance initiale et finale, pour les composites stratifiés au contact il existe une zone de transition assez large entre la limite élastique et le début de la partie linaire finale. En conséquence la modélisation du comportement de l'interface par une loi bilinéaire conduit à une large surestimation de la limite élastique.

Ces observations sont partagées par Huo et al. (2015) lors d'essai de cisaillement avec des composites stratifiés au contact à fibres de verre. Entre la fin de partie initiale élastique et la rupture de l'interface, Huo et al. (2015) proposent de distinguer une phase d'initiation des dégâts (II) et un étage de dégradation de l'interface (III).

La différence entre le comportement de l'interface des composites stratifiés, à fibres de verre et de lin, et des composites rigides, pultrudés à fibres de carbone ou ici thermo-compressés à fibres de lin, pourrait s'expliquer par la déformation du composite collé sur le support béton. En effet le calcul de la déformation de cisaillement pour le test de cisaillement à double recouvrement soustrait le déplacement dû à la déformation du composite en partie centrale au déplacement

entre les deux blocs de béton mesuré par LVDT. Or comme cela est mis en évidence par le suivi des déformations le long des composites lors de l'essai de cisaillement, pour les composites stratifiés au contact cette déformation devient conséquente (>0.5%) sur des longueurs de composite de plusieurs centimètres. A partir de la fin de partie initiale linéaire, la contrainte de cisaillement moyenne et la déformation de cisaillement calculées reflètent donc à la fois le travail du joint de colle et la déformation plastique du composite d'où l'introduction d'une seconde phase du comportement. La troisième partie de courbe correspond à la dégradation progressive de l'interface par fissuration du béton.

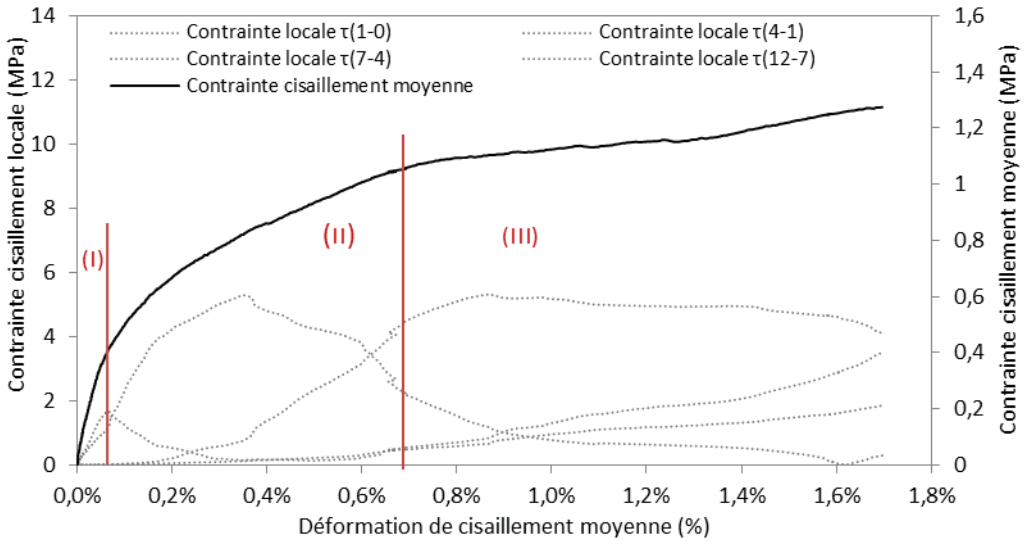


Figure 92 : Définition des 3 phases du comportement en cisaillement de l'interface béton-composite avec des fibres de renfort moins rigides que le carbone.

La représentation sur un même graphique des contraintes locales et de la contrainte de cisaillement moyenne permet de visualiser les phénomènes mis en jeux. Dans la phase initiale linéaire (I) seul le composite en partie centrale est sollicité dont la déformation est soustraite du calcul de déformation. La deuxième partie de la courbe (II) correspond bien à une déformation progressive du composite collé en surface du béton. A partir du début de la troisième partie (III) la déformation du composite stagne bien qu'il y ait augmentation de la déformation de cisaillement et l'écart entre la somme des contraintes locales et la contrainte moyenne se creuse. Il a donc certainement dégradation de l'interface et fissuration du béton.

Il semble donc pertinent pour les composites stratifiés au contact avec des fibres de renfort verre ou de lin de décrire le comportement de l'interface béton-composite par une loi tri-linéaire en introduisant un troisième point caractéristique, tel que :

- (γ_e, τ_e) : la limite élastique, défini sur la courbe par l'intersection des courbes de tendance initiale et de la partie centrale.
- (γ_a, τ_a) : l'intersection des courbes de tendance finale et de la partie centrale.
- (γ_u, τ_u) : correspondant à la rupture de l'échantillon.

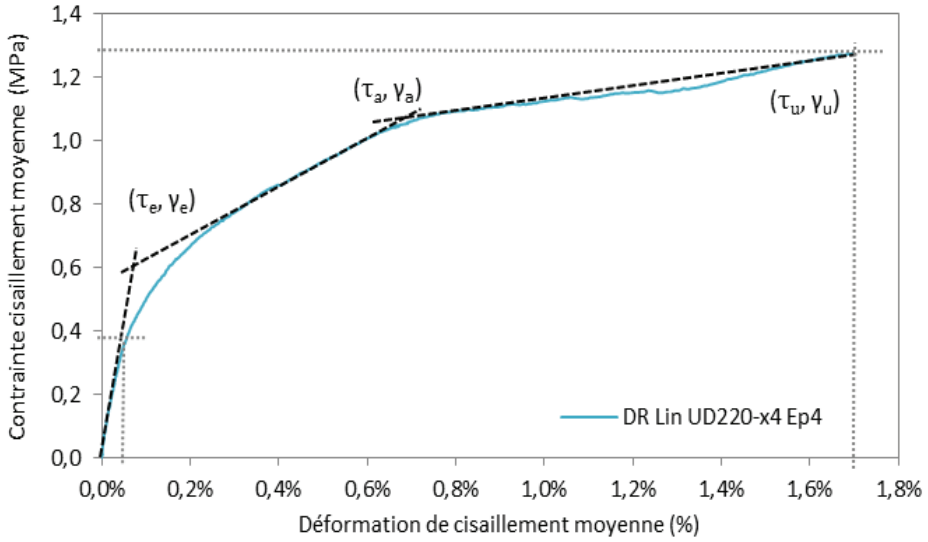


Figure 93 : Définition d'une loi de comportement de l'interface sollicitée en cisaillement des composites stratifiés au contact, appliqué au composite Lin UD220-x4 Ep4.

La connaissance des trois points caractéristiques de la courbe résume le comportement de l'interface. Dans le Tableau 44 sont rassemblées les valeurs de ces points pour les différents composites.

Tableau 44 : Valeurs des points caractéristiques du comportement de l'interface pour les différents composites.

Composite	Nb	γ_e (%)	τ_e (MPa)	γ_a (%)	τ_a (MPa)	γ_u (%)	τ_u (MPa)
Lin S600-x3	4	0.07 (±0.01)	0.55 (±0.05)	0.56 (±0.10)	1.01 (±0.01)	1.20 (±0.20)	1.21 (±0.01)
Lin UD220-x4	3	0.07 (±0.01)	0.60 (±0.05)	0.66 (±0.01)	1.06 (±0.02)	1.42 (±0.04)	1.21 (±0.01)
Verre 300-x4	2	0.05 (±0.0)	0.55 (±0.05)	0.62 (±0.01)	0.90 (±0.10)	1.30 (±0.1)	1.21 (±0.01)
Lin préf. UD400-x4	1	0.12	1.00	-	-	0.34	1.32

L'écart des valeurs des points caractéristiques pour les différents composites stratifiés au contact est de l'ordre de l'écart-type de valeurs pour un même composite. La nature des fibres de renfort impacte donc peu le comportement de l'interface.

Bilan des essais de cisaillement de l'interface composite-béton :

- Les essais de cisaillement à double recouvrement menés avec les différents composites conduisent à des résultats reproductibles et cohérents.
- Pour les composites stratifiés au contact avec des fibres de renfort moins rigides comme les fibres de lin ou de verre, la rupture du système de renforcement peut se produire par rupture du composite (contrairement aux composites CFRP usuellement utilisés).
- Le dimensionnement des composites avec les fibres de verre ou de lin devrait donc limiter la sollicitation centrale à 50-60% afin d'obtenir une rupture de l'interface.
- L'interface béton-composite sollicitée en cisaillement des composites lin préfabriqués rigides suit le comportement décrit par l'AFGC (2011) modélisable par une loi bilinéaire.
- L'interface béton-composite des composites stratifiés au contact à fibres de lin et de verre présente un comportement beaucoup ductile modélisable par une loi trilinéaire.

3.4 Modèles prédictifs à rupture en cisaillement

Un matériau de renfort se doit de pouvoir être dimensionné de façon sûre afin d'être utilisé par les ingénieurs du génie civil. Pour cela les modèles prédictifs facilitent les calculs et offrent des données rapidement sans avoir à effectuer des tests de façon systématique une fois les modèles calibrés et vérifiés. Il est donc intéressant de vérifier si les modèles déjà existants et développés pour des composites à fibres de renfort synthétiques s'appliquent à nos composites à fibres de lin. Les valeurs expérimentales trouvées par les tests de cisaillement à double recouvrement sont comparées aux valeurs théoriques obtenues avec différents modèles pertinents.

3.4.1 Choix des modèles prédictifs en cisaillement retenus

L'étude préliminaire a montré que la plupart des modèles du comportement de contrainte locale-glissement à l'interface entre le composite de renfort et le support béton se basent sur la mécanique de rupture d'adhérence-glissement. Il apparait que presque toutes les directives européennes se basent sur des modèles semblables. En conséquence les calculs prédictifs de la force à rupture de l'interface et de la longueur d'ancrage efficace sont elles aussi très proches et ne varient qu'à quelques coefficients près. Parmi ces modèles le modèle de fib Bulletin 14 a été retenu car il offre la plus grande marge de manœuvre de par l'introduction de coefficients de calibration c_1 et c_2.

Trois autres modèles ont été retenus pour leur intérêt et leur pertinence. Le modèle de Chen & Teng (2001) a été choisi car il est la base des directives ACI440.2R et HB305, et a fortement influencé les modèles des directives européennes. Les modèles de Seracino et al. (2005), aussi présent dans HB 305, et Ko & Sato (2004) ont été retenus pour l'originalité de leurs bases de calculs différentes des directives européennes.

Les quatre modèles utilisés sont présentés ci-dessous. Pour tous les modèles P_u est la force à rupture ; L_f et L_e la longueur de collage et la longueur de collage efficace ; b_f, t_f, A_f et E_f respectivement la largeur, l'épaisseur, l'aire transversale et le module de Young du composite ; d_f l'épaisseur du joint de colle, b_c, f_c et f_{ctm} respectivement la largeur, la force en compression et la force en traction du support béton. L'épaisseur du joint de colle d_f est habituellement pris égal à 1mm pour les systèmes de renforcement collés en surface du béton.

Le fib Bulletin 14 (2001) introduit deux coefficients c_1 et c_2 pour calibrer les expressions avec les résultats expérimentaux. Le facteur de réduction α = 0,9, rend compte de l'influence des fissurations inclinées, k_c est un facteur qui traduit l'état de compacité du béton (généralement égal à 1), k_b est un facteur géométrique. Les coefficients c_1 et c_2 peuvent être trouvés par calibration. Neubauer & Rostasy ont déterminé des valeurs des coefficients c_1 = 0.64 et c_2 = 2 pour leur étude avec des composites CFRP. Pour les longueurs de liaison Lf<Le, la charge de déliaison finale peut être calculée par l'introduction d'un facteur de réduction tel qu'il est exprimé dans l'équation (Eq 2.19 d).

$$P_u = \alpha . c_1 . k_c . k_b . b_f . \sqrt{E_f . t_f . f_{tcm}} \qquad \text{(Eq 2.19 a)}$$

$$k_b = 1{,}06\sqrt{\frac{2-(b_f/b_c)}{1+(b_f/b_c)}} \qquad \text{(Eq 2.19 b)}$$

$$L_e = \sqrt{\frac{E_f.t_f}{c_2.f_{tcm}}} \qquad \text{(Eq 2.19 c)}$$

$$P_{(L_f<L_e)} = \frac{L_f}{L_e}\left(2-\frac{L_f}{L_e}\right)P \qquad \text{(Eq 2.19 d)}$$

Le modèle de Chen & Teng (2001) ne propose qu'un seul coefficient de calibration fixé égal à α = 0.427 pour leurs résultats. β_w est un facteur géométrique. La force à rupture pour $L_f<L_e$ peut être évaluée en introduisant un facteur de réduction β_L.

$$P_u = \alpha.\beta_w\beta_L b_f L_e\sqrt{f_c} \qquad \text{(Eq 2.20 a)}$$

$$\beta_w = \sqrt{\frac{2-b_f/b_c}{1+b_f/b_c}} \qquad \text{(Eq 2.20 b)}$$

$$\beta_L = \begin{cases} \sin\left(\frac{\pi}{2}\frac{L_f}{L_e}\right) \; si\; L_f < L_e \\ 1 \; si\; L_f \geq L_e \end{cases} \qquad \text{(Eq 2.20 c)}$$

$$L_e = \sqrt{\frac{E_f t_f}{\sqrt{f_c}}} \qquad \text{(Eq 2.20 d)}$$

Ko et Sato (2004) proposent un modèle modifié à partir d'un modèle d'adhérence-glissement existant pour les interfaces des barres d'armature du béton en remplaçant la déformation élastique de l'acier par la déformation ultime des composites mesurées en surface du composite de renfort. Ce modèle découle d'une hypothèse bilinéaire de la relation d'adhérence-glissement local et présente la spécificité de prendre en compte la longueur de liaison efficace dans le calcul de la charge à rupture. Il prend aussi en compte la largeur de travail du béton qui dépasse légèrement la largeur de la bande composite (Δb = de 3.7mm).

$$P_u = 5.065\cdot 10^{-5}(b_f+2\Delta b)(f_c)^{0,2}\left(t_f.E_f\right)^{1,4} \qquad \text{(Eq 2.21 a)}$$

$$L_e = 1.89(E_f t_f)^{0.4} \qquad \text{(Eq 2.21 b)}$$

Seracino et al. (2005) introduit un modèle générique pour déterminer la force de décohésion en fonction de la contrainte et du glissement de l'interface en cisaillement, applicable à la fois pour les composites de renfort collés en surface (EB) ou par engravure (NSM). La relation contrainte-glissement a été simplifiée en modélisant la courbe par une simple relation linéaire décroissante. Les caractéristiques de l'interface $\tau_{max}.\delta_{max}$ ont été déterminées expérimentalement avec

différents systèmes de renforcement et conduisent à l'équation générique (Eq 2.24 a). τ_f et δ_f peuvent être déterminées expérimentalement ou calculées suivant l'équation (2.24 c, d).

$$P_u = 0.85\left(\frac{d_f}{b_f}\right)^{0,25}(f_c)^{0,33}\sqrt{L_{per}E_fA_f} \quad \text{(Eq 2.22 a)}$$

$$L_e = \frac{\pi}{2\sqrt{\tau_f L_{per}/\delta_f E_f A_f}} \quad \text{(Eq 2.22 b)}$$

$$\tau_f = (0.802 + 0.078\frac{d_f}{b_f})(f_c)^{0.6} \quad \text{(Eq 2.22 c)}$$

$$\delta_f = \frac{0.73}{\tau_f}(\frac{d_f}{b_f})^{0.5}(f_c)^{0.67} \quad \text{(Eq 2.22 d)}$$

$$P_{(L_f<L_e)} = \frac{L_f}{L_e}P \quad \text{(Eq 2.22 e)}$$

$$L_{per} = 2d_f + b_f \quad \text{(Eq 2.22 f)}$$

3.4.2 Résultats des modèles prédictifs

Les charges ultimes à rupture et les longueurs d'ancrage efficace théoriques ont été calculées en fonction des différents modèles prédictifs avec les coefficients préconisés par les modèles, initialement calibrés par les différents auteurs avec des composites de renfort carbone (CFRP). Pour les calculs prédictifs sur les composites renforcés par fibres de lin, le module E_2 a été utilisé. En effet lors de la rupture des systèmes de renforcement, le composite subit des déformations supérieures à la limite élastique de 0.1% dans certaines parties de la zone de travail. Les calculs prédictifs de la force à rupture font pour la plupart directement intervenir les calculs de la longueur d'ancrage efficace L_{eff}. Il a donc été choisi de mener les calculs avec le même module E_2 pour les deux prédictions. Les valeurs des prédictions des modèles sont assemblées dans le Tableau 45.

Tableau 45 : Valeurs théoriques de charge à rupture et de longueur d'ancrage en cisaillement selon les différents modèles.

			fib Bulletin 14 (2001)		Chen& Teng (2001)		Ko & Sato (2004)		Seracino et al (2005)	
composite	$P_{u\,exp}$ (kN)	$L_{eff,exp}$ (mm)	$P_{u\,model}$ (kN)	$L_{eff\,model}$ (mm)	$P_{u\,model}$ (kN)	$L_{eff\,model}$ (mm)	$P_{u\,model}$ (kN)	$L_{eff\,model}$ (mm)	$P_{u\,model}$ (kN)	$L_{eff\,model}$ (mm)
Lin S600-x3	15.5	60	10.69 (-31%)	80.3 (+34%)	11.00 (-29%)	69.2 (+15%)	10.60 (-32%)	114.2 (+90%)	7.98 (-48%)	49.8 (-17%)
Lin UD220-x4	16.0	55	10.98 (-31%)	73.1 (+33%)	11.15 (-30%)	63.1 (+15%)	9.52 (-40%)	105.9 (+93%)	8.16 (-49%)	27.3 (-50%)
Verre 300-x4	15.7	45	11.99 (-24%)	79.8 (+49%)	12.17 (-23%)	68.8 (+53%)	12.15 (-23%)	113.6 (+152%)	8.90 (-43%)	29.8 (-34%)
Préfabriqués lin UD400-x4	16.5	70	12.24 (-26%)	98.6 (+41%)	12.69 (-23%)	85.0 (+21%)	17.26 (+5%)	134.5 (+92%)	9.19 (-44%)	39.1 (-44%)

Les modèles de fib Bulletin 14 (2001), Chen & Teng (2001) et Ko & Sato (2004) surestiment la longueur d'ancrage efficace de 15-150%, tandis que le modèle de Seracino et al. (2005) conduit à une forte sous-estimation de 17-40%. Pour la charge à rupture les modèles de fib Bulletin 14 (2001), Chen et Teng (2001) et Seracino et al. (2005) conduisent à une sous-estimation de l'ordre de 60-70% des valeurs théoriques. Par contre le modèle de Ko & Sato (2004) donne des prédictions sous-estimées pour les composites stratifiés au contact, mais très surestimées pour le composite préfabriqué lin thermo-compressé.

Les modèles peuvent être calibrés sur les valeurs expérimentales. Les coefficients de calibration ne prennent un sens toutefois que s'ils correspondent bien à traduire une adaptation du test, et donc s'ils conduisent à des résultats cohérents pour les différents composites. Dans le cas contraire il est à envisager que le modèle d'adhérence glissement se doive d'être modifié en prenant en compte la bilinéarité du composite par exemple. Le calibrage des modèles a donc été effectué sur les résultats obtenus avec les composites lin stratifiés au contact, et sont appliqués sans modification au composite renforcé par fibres de verre et au composite préfabriqué lin thermocompressé.

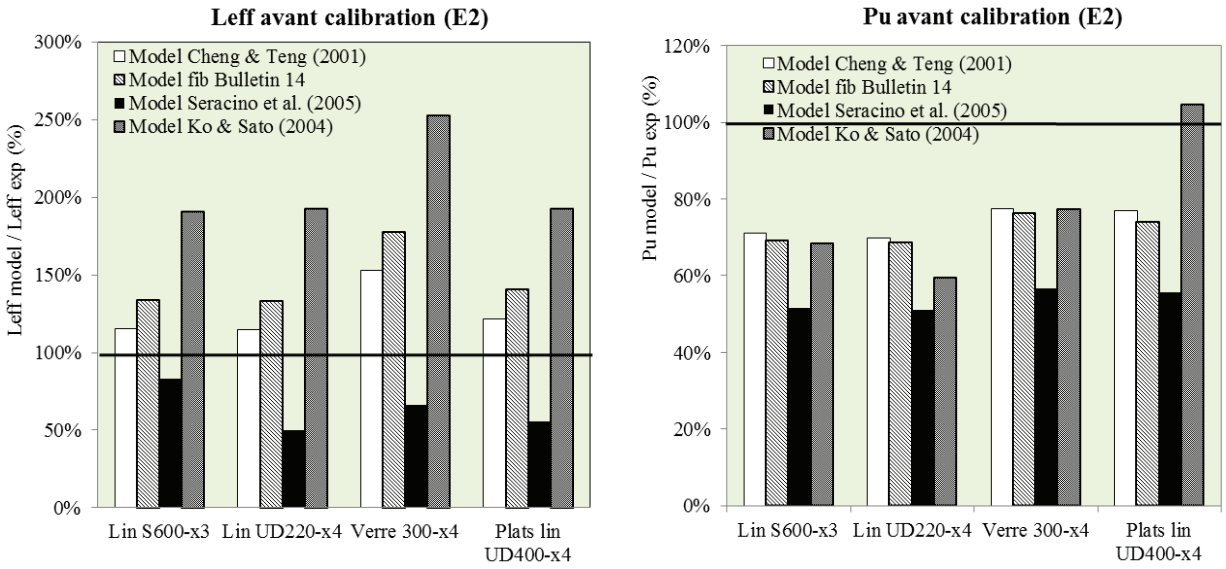


Figure 94 : Valeurs théoriques de charge à rupture et de longueur d'ancrage en cisaillement normalisées avant calibration aux résultats expérimentaux.

Le modèle de Chen & Teng (2001) considère le facteur de calibration α dans la formule de la charge à rupture. Hosseini et al. (2014) proposent d'introduire un second facteur c au modèle Chen & Teng pour calibrer la longueur d'ancrage efficace L_{eff}. Cette modification conduit à réévaluer α, puisque L_{eff} est utilisé dans la formule de P_u. Le calibrage avec nos résultats expérimentaux conduisent à calibrer α = 0.7 et introduire le facteur c = 0.86. Pour le modèle du fib Bulletin14 (2001), les deux coefficients c_1 et c_2 peuvent être ajustés pour calibrer les expressions de longueur d'ancrage et de charge à rupture indépendamment. Les valeurs sont évaluées à c_1= 0.93 et c_2= 3.5. Les modèles de Seracino et al (2005) et de Ko & Sato (2001) ont pour vocation d'être universels et ne proposent en conséquence pas de coefficients à adapter. Pour les deux modèles un coefficient de calibration α est toutefois introduit dans chacune des

formules afin d'ajuster la force à rupture et un coefficient de réduction est ajouté dans le modèle Ko & Sato dans le calcul de la longueur d'ancrage efficace.

Les coefficients calibrés sont résumés dans le Tableau 46 et les valeurs théoriques calculées avec ces coefficients sont rassemblées dans le Tableau 47.

Tableau 46 : Coefficients de calibration des modèles prédictifs.

Modèles	fib Bulletin 14 (2001)			Chen & Teng (2001)		Ko & Sato (2004)		Seracino et al. (2005)
Coefficients	α	c_1	c_2	α	c	α	β	α
Initial	0.9	0.64	2.0	0.427	0.7	1	1	1
Post-calibration	0.9	0.93	3.5	0.7	0.86	1.6	0.53	1.6

Tableau 47 : Valeurs théoriques calculées à partir des modèles prédictifs après calibration.

			fib Bulletin 14 (2001)		Chen& Teng (2001)		Ko & Sato (2004)		Seracino et al (2005)	
composite	$P_{u\ exp}$ (kN)	$L_{eff,exp}$ (mm)	$P'_{u\ model}$ (kN)	$L'_{eff\ model}$ (mm)	$P'_{u\ model}$ (kN)	$L'_{eff\ model}$ (mm)	$P'_{u\ model}$ (kN)	$L'_{eff\ model}$ (mm)	$P'_{u\ model}$ (kN)	$L'_{eff\ model}$ (mm)
Lin S600-x3	15.5	60	15.54 (0%)	60.7 (+1%)	15.51 (0%)	59.5 (-1%)	16.95 (+10%)	60.5 (+1%)	15.97 (+3%)	62.3 (+4%)
Lin UD220-x4	16.0	55	15.96 (0%)	55.3 (0%)	15.72 (-2%)	54.2 (-1%)	15.23 (-5%)	56.1 (+2%)	16.31 (+2%)	54.7 (-1%)
Verre 300-x4	15.7	45	17.42 (+11%)	60.3 (+34%)	17.15 (+9%)	59.2 (+31%)	19.44 (+24%)	60.2 (+34%)	17.80 (+13%)	59.6 (+33%)
Préfabriqués lin UD400-x4	16.5	70	18.17 (+10%)	60.6 (-13%)	16.27 (-1%)	62.1 (-11%)	27.62 (+67%)	71.3 (+2%)	18.38 (+11%)	78.1 (+12%)

La comparaison des valeurs normalisées calculées à partir des modèles calibrés avec les valeurs expérimentales des tests de cisaillement à double recouvrement des composites lin stratifiés au contact mettent en évidence plusieurs tendances (Figure 96).

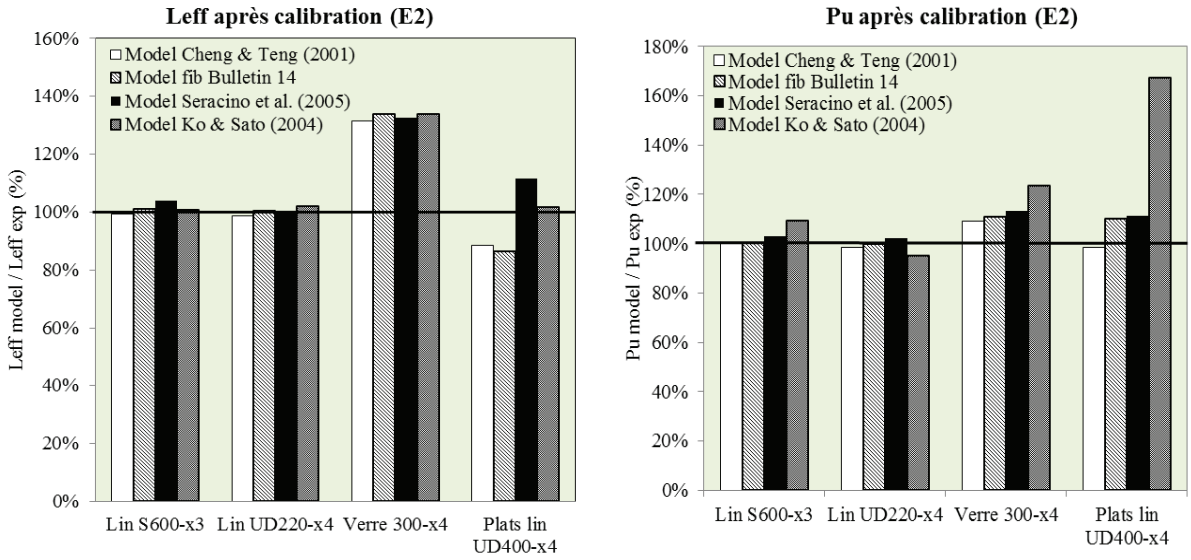


Figure 95 : Valeurs théoriques de charge à rupture et de longueur d'ancrage en cisaillement normalisées après calibration aux résultats expérimentaux.

Des calculs menés avec le module E_1 pour les composites lin mènent à des tendances similaires. Pour le modèle de Ko & Sato (2001) les valeurs calculées de la force à rupture ne peuvent être ajustées précisément pour correspondre en même temps aux résultats expérimentaux avec le lin S600-x3 et le lin UD220-x4. L'ajustement du coefficient de calibration α a donc été réalisé par compromis afin d'obtenir des valeurs légèrement surestimées de 10% pour le lin S600-x3 et sous-estimées de 5% pour le composite lin UD220-x4.

Pour le composite à fibres de verre, les valeurs de force à rupture et de longueur d'ancrage efficace sont surestimées par tous les modèles. Or toutes les formules de charge à rupture et de longueur d'ancrage efficace prennent en compte les propriétés mécaniques $E_f.t_f$ des composites et les essais ont été menés avec des résines identiques. En conséquence une différence dans le comportement du composite à fibres de lin induit certainement un changement dans le modèle d'adhérence-glissement. Dans ce modèle, l'interface comprend l'adhésif réel mais aussi les matériaux adjacents à la couche d'adhésif. La nature des fibres peut donc en modifier le comportement.

Les valeurs théoriques obtenues pour le composite préfabriqué à fibres de lin sont moins uniformes. Les modèles de fib Bulletin 14 et Chen & Teng (2001) sous-estiment la longueur d'ancrage efficace de 10% tandis que le modèle de Seracino et al (2005) le surestime de 10%. Ces trois modèles conduisent à une prédiction juste à 10% de la charge à rupture. Le modèle de Ko & Sato (2004) conduit à une prédiction juste de la longueur d'ancrage efficace mais à une surestimation de 70% de la charge à rupture. Avec le composite préfabriqué une autre résine de collage a été utilisée que pour les composites stratifiés au contact. Les propriétés de l'adhésif ne sont pas prises en compte dans les différents modèles mais conduisent à des interphases béton/adhésif et adhésif/composite bien différentes des composites stratifiés au contact.

Bilan de l'application des modèles prédictifs :

- Les modèles choisis ont pu être calibrés pour les deux composites lin stratifiés au contact avec les mêmes coefficients de calibration conduisent à des valeurs justes de force de cisaillement à rupture et de longueur d'ancrage efficace. Les quatre modèles prédictifs sont donc applicables pour les composites stratifiés au contact à fibres de lin.

- Les modèles toutefois surévaluent la force de cisaillement à rupture des composites préfabriqués lin et stratifiés au contact verre, et la longueur d'ancrage efficace des composites à fibres de verre. Une modification des modèles peut être envisagée afin de prendre en compte la nature des fibres et de la résine de collage.

- Plus de spécimens et de configurations de tests offriraient un meilleur aperçu de la pertinence des modèles re-calibrés et leur utilisation générale pour les composites à fibres de lin. En particulier des essais de cisaillement à double recouvrement avec un nombre de plis plus important des composites stratifiés au contact permettraient d'obtenir une rupture de l'interface sans rupture du composite et de comparer plus pertinemment les valeurs entre les différents composites.

4. Conclusion de la partie II

Cette étude a pour but de tester la faisabilité technique de l'utilisation du lin comme matériau de renfort par collage extérieur de structures en béton. Cette deuxième partie présente les étapes de conception du matériau, caractérisation des propriétés du matériau et de son adhérence sur le support béton. Les deux méthodes de mise en œuvre par stratification au contact et par collage de lamelles rigides sont envisagées.

Le premier chapitre présente les essais pour la sélection des paramètres et des matériaux pour les deux mises en œuvre :

- Les essais pour la conception du composite stratifié au contact conduisent à retenir un couple de résine, une liquide pour imprégner les fibres à cœur Eponal 342, et une plus visqueuse pour ensuite fixer les fibres imprégnées sur le support béton TFC Epx. Cette configuration conduit à un matériau composite relativement hétérogène avec des zones plus riches en résine, avec une bonne adhérence au support béton et une rupture en traction cohérente avec peu de déchaussement des fibres.
- Les lamelles composites rigides à fibres de lin sont réalisées par l'entreprise FIBROLINE par thermocompression. L'observation de la structure interne révèle une structure plus homogène que les composites stratifiés au contact. La résine époxy Sikadur 330 est retenue pour coller le composite rigide au support béton.

Le second chapitre est dédié à la caractérisation des composites à fibres de lin stratifiés au contact et préfabriqué par thermocompression. La porosité et le taux de fibres des composites sont déterminés par pesée directe et validés par l'exploitation d'observations par tomographie à rayon X. Les propriétés mécaniques ont été déterminées par tests de traction longitudinale avec différents tissus de renfort en lin, et en variant le nombre de plis. Un composite à fibres de verre réalisé de façon identique permet de comparer les résultats obtenus avec les deux natures de fibres. Les résultats permettent de conclure que :

- Les composites à fibres de lin stratifiés au contact et préfabriqués présentent un comportement en traction similaire aux essais décrits dans la littérature avec une partie initiale de pente plus élevée, qui s'adoucit ensuite. Les matrices époxy utilisées induisent une rupture du composite à ~1.2 % de déformation, avant d'atteindre une possible asymptote. Les modules ont en conséquence été mesurés selon la méthode introduite par Bensadoun et al. (2015) avec un module E_1 mesuré entre 0-0.1% et un second module E_2 entre 0.3-0.5% de déformation.
- Pour le composite stratifié au contact, le taux volumique de fibres augmente de 15% à ~30% et la porosité de 2% à ~7% selon les tissus avec le nombre de plis de 1 à 5.
- L'effort tensile augmente proportionnellement avec le nombre de plis, soulignant la cohésion du matériau dont tous les plis participent à l'effort.
- Les propriétés mécaniques, contrainte et modules, calculés avec l'épaisseur "réelle" sont proportionnelles au taux de fibre dans le composite. L'application de la loi des mélanges pour le module du composite lin stratifié au contact conduit à une très bonne corrélation avec les résultats expérimentaux. La loi des mélanges modifiée en considérant que la rupture

de la matrice induit la rupture du composite peut être adaptée par l'introduction d'un facteur d'efficacité des fibres k égal à 0.62 pour les composites à fibres de lin bidirectionnelles et 0.70 pour les composites à fibres de lin unidirectionnelles :

$$E_l = E_f V_f + E_m V_m \quad \text{(Eq 2.5)} ; \qquad \sigma_{comp} = \sigma_m \cdot (1 - V_f - V_p) + k \cdot \sigma_{m,ult} \cdot \frac{E_f}{E_m} \cdot V_f \quad \text{(Eq 2.6)}$$

- Les propriétés mécaniques calculées avec l'épaisseur "nette" restent relativement constantes à partir de 2 plis de tissu. Des valeurs des propriétés nettes moyennes du composite lin stratifié au contact peuvent dont être données indépendamment du nombre de plis.

Tableau 48 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des composites lin réalisés.

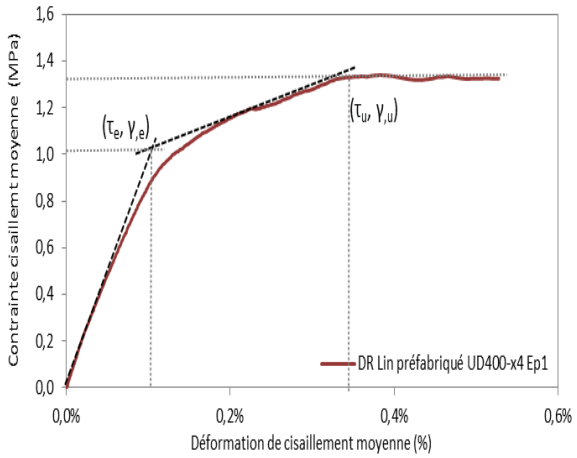
Composite	Module net E_1 (GPa)	Module net E_2 (GPa)	Contrainte nette σ_u (MPa)	Déformation (%)
Composite Lin stratifié au contact	20 (±3)	13 (±1)	160 (±10)	1.2 (±0.1)
Composite Verre stratifié au contact	29 (±2)	-	450 (±50)	1.8 (±0.4)
Composite lin préfabriqué	28.3 (±1)	19 (±1)	222 (±15)	1.2 (±0.1)

Le composite stratifié au contact avec les fibres de verre présente des propriétés de module et de contrainte plus élevées. Toutefois l'effort tensile mesuré est comparable à celui du composite lin. En conséquence le composite lin stratifié au contact peut reprendre un effort comparable aux composites à fibres de verre stratifiés au contact du commerce.

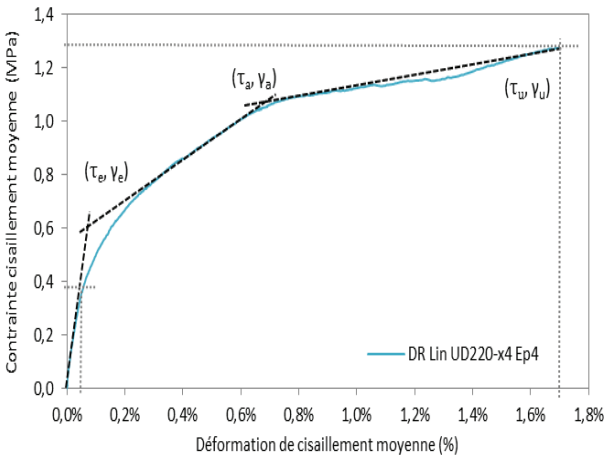
Le troisième chapitre présente les résultats de caractérisation de l'interface composite/béton par tests de cisaillement à double recouvrement. Préliminairement une synthèse des essais de cisaillement avec les composites de renfort est effectuée afin de pouvoir déterminer l'impact de la nature des fibres de lin sur le comportement de l'interface. Les essais sont dimensionnés pour solliciter le composite en partie centrale à 70%. La campagne d'essais permet de constater que :

- Les essais de cisaillement à double recouvrement menés avec les composites stratifiés au contact à fibres de lin et de verre, ainsi que le composite lin préfabriqué conduisent à des résultats reproductibles et cohérents.
- Pour les composites stratifiés au contact avec des fibres de renfort moins rigides que les fibres de carbone comme de lin ou de verre, la rupture du système de renforcement peut se produire par rupture du composite contrairement aux composites à fibres de carbone dont la rupture se produit presque exclusivement par décollement du composite.
- A 70% de sollicitation centrale le composite rompt parfois avant le décollement de l'interface lors de la rupture du support béton. Le dimensionnement des composites stratifiés au contact avec les fibres de verre ou de lin devrait limiter la sollicitation centrale à 50-60% afin d'obtenir une rupture systématique de l'interface.
- L'interface béton-composite sollicitée en cisaillement des composites lin préfabriqués rigides suit le comportement décrit par l'AFGC (2011) modélisable par une loi bilinéaire.

- L'interface béton-composite des composites stratifiés au contact à fibres de lin ou de verre présente un comportement plus ductile modélisable par une loi tri-linéaire. La différence de comportement par rapport aux composites à fibres de carbone est certainement dû à la déformation progressive du composite collé en surface du béton lors de l'essai.



(a) Comportement en cisaillement de l'interface béton-composite lin préfabriqué.



(b) Comportement en cisaillement de l'interface béton-composite stratifié au contact.

- Les modèles prédictifs de la force à rupture et de la longueur d'ancrage efficace lors de tests de cisaillement développés pour des composites de renfort à fibres synthétiques peuvent être calibrés pour les composites lin stratifié au contact. Cependant les modèles ainsi dimensionnés conduisent à une surestimation de la longueur d'ancrage des composites à fibres de verre. Une modification des modèles peut être envisagée en prenant en compte le comportement non linéaire des fibres de lin afin d'avoir une formule universelle.

L'adhérence au support béton et la cohésion du composite lin stratifié au contact conduisent à un bon transfert des efforts vers les fibres de renfort. Le comportement en cisaillement de l'interface est très similaire pour les composites stratifiés au contact à fibres de lin et de verre. Ainsi la nature et le comportement plus complexe des fibres de lin ne semblent pas influer sur comportement de l'interface.

En conclusion l'utilisation de fibres de lin pour le renforcement extérieur de structures en béton semble être possible. La mise en œuvre par stratification au contact conduit à des propriétés de renforcement et des propriétés de l'interface avec le support béton comparables aux composites de renfort avec des fibres de verre. Malgré un comportement en traction plus complexe, les composites à fibres de lin peuvent être dimensionnés à partir des propriétés nettes de façon comparable aux composites de renfort habituels. Cependant si les propriétés des composites à fibres de lin sont comparables à certains composites du commerce à renfort de fibres de verre en théorie au laboratoire, il s'agit dans un second temps de vérifier si ces propriétés se maintiennent dans l'environnement de service des composites de renfort. La nature végétale des fibres de lin laisse craindre une dégradation des propriétés plus importante que celles en verre qui pourrait réduire l'intérêt du lin pour cette application particulière.

Partie 3 :
Durabilité des composites de renfort à fibres de lin

1. Introduction

La troisième partie de cette étude concerne la durabilité des composites de renfort à fibres de lin. La connaissance de la durée de vie d'un matériau est nécessaire afin de pouvoir envisager de le mettre en œuvre. Effectivement bien que les propriétés initiales d'un matériau soient facilement identifiables et peuvent sembler conformes aux exigences, celles-ci ne sont plus assurées si des modifications chimiques induites par les interactions du matériau avec son environnement entraînent une évolution de ses propriétés au-delà d'un seuil acceptable.

« La durée de vie d'un matériau est définie par le temps pendant lequel ce matériau, ou plus précisément ses propriétés vont conserver leur fonctionnalité dans des conditions bien définies, sans nécessiter de réparations importantes des dommages. » *(Mortaigne 2005)*

Dans le cadre de cette étude technique sur l'utilisation de fibres de lin pour le renforcement extérieur de structures en béton, il ne s'agit pas de mener une étude exhaustive de l'impact du vieillissement sur le composite. Pour cela une étude prolongée avec une campagne d'essais plus importante serait nécessaire. Les essais menés dans cette troisième partie ont pour but de vérifier si la dégradation des propriétés mécaniques dans un environnement de service usuel ne remet pas en question l'utilisation du lin comme fibres de renfort et de déterminer quelles pourraient être les propriétés résiduelles ultimes du matériau à prendre en compte lors du dimensionnement.

Préliminaire aux essais menés au laboratoire une étude bibliographique sur le vieillissement mené sur des composites de renfort pour le génie civil et sur des composites renforcés de fibres naturelles est indispensable. Cette synthèse souligne l'agressivité des facteurs environnementaux que sont l'eau et les UV, la complexité des phénomènes dus à des facteurs combinés et la sensibilité des fibres naturelles à l'humidité. La mise en place et l'interprétation des essais menés au laboratoire se doivent donc de prendre en compte ces observations.

La détermination de la durabilité des composites a été effectuée en deux temps. Tout d'abord l'impact du vieillissement climatique a été considéré. Le composite lin stratifié au contact a été exposé à l'environnement extérieur pendant un an. En parallèle des essais de vieillissement climatique artificiel accéléré ont été menés avec différents composites dans une enceinte. Théoriquement le vieillissement accéléré permet de reproduire une dégradation climatique équivalente à 10 ans en extérieur. La comparaison des vieillissements extérieur et en enceinte est censée permettre de valider l'équivalence exposition extérieur/nombre de cycles en enceinte.

Les essais de vieillissement climatique accéléré ne présentant pas de résultats univoques et exploitables, dans un deuxième temps un vieillissement hygrothermique à 70°C est mis en place afin de déterminer les propriétés résiduelles ultimes des composites. Des coefficients de réduction environnementaux sont finalement déterminés à partir des résultats de vieillissements naturel et hygrothermique et comparés avec les données des composites commerciaux.

2. Impact du vieillissement sur les matériaux composites

2.1 Etude bibliographique : vieillissement des composites à matrice polymère

Les composites à renfort de fibres de lin de cette étude sont formés d'une matrice polymère organique, renforcée par des fibres de lin, elles-mêmes des structures complexes de macromolécules de nature organique. Nous allons donc présenter le vieillissement des polymères de façon générale avant d'aborder les spécificités des aspects de durabilité pour l'application en tant que renfort de structure en béton dans le génie civil, et dans un troisième temps le résultat des recherches dans le cadre spécifique des composites renforcés par des fibres végétales.

2.1.1 Vieillissement des polymères : mécanismes de dégradation

Le vieillissement est défini selon J. Verdu (2000) comme une évolution lente et irréversible d'une ou plusieurs propriétés du matériau, résultant de modifications de sa structure, de sa morphologie ou de sa composition sous l'effet de son instabilité propre, de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques, ou de la combinaison de ces causes. Le vieillissement peut agir sur chacun des constituants de manière individuelle ou combinée, mais également à l'interface entre les fibres et la matrice ; qui est très souvent un lieu privilégié de dégradation, par une altération des différents phénomènes de l'adhésion (Mortaigne 2005). Ces altérations peuvent concerner la structure chimique du matériau (*vieillissement chimique*), ou son état physique, comme les processus de relaxation structurale ou bien les transferts de masse, (*vieillissement physique*). La température et le temps ne sont jamais des causes de vieillissement. En l'absence d'autres facteurs influents, c'est l'instabilité propre du matériau qui cause l'évolution, la température ne fait qu'accélérer les cinétiques (Richaud 2011) :

- **Vieillissement chimique des polymères**

Les polymères thermodurcissables, du fait de leur structure amorphe, présentent des caractéristiques propres à leur état vitreux. En effet, lorsqu'un matériau vitreux se trouve dans un état hors de l'équilibre, ces modes de configuration sont figés. Dans le cas des réseaux époxy réticulés, le matériau se fige dans un état métastable lors du durcissement, avant que cet équilibre puisse être atteint. La réticulation d'une résine époxyde n'est jamais complète. Dans certaines conditions, principalement lorsqu'elle est soumise à des températures supérieures à sa température de transition vitreuse (T_g), des groupes réactifs susceptibles de donner lieu à des pontages entre chaînes vont réagir entre eux et la densité de réticulation augmente donc. Il s'agit de ***post-réticulation***, qui se traduit par une augmentation de la T_g et une amélioration des propriétés mécaniques.

Sous l'action de l'environnement, les macromolécules peuvent aussi subir des phénomènes d'hydrolyse, d'oxydation, de lessivage et de diffusion qui affectent la taille et l'architecture des macromolécules*. Les réactions chimiques ciblent généralement des fonctions chimiques spécifiques*,

dont la modification influe sur les propriétés du polymère. Les processus de vieillissement chimique sont généralement classés en fonction de la cause de la dégradation comme la concentration en oxygène, l'intensité lumineuse ou l'humidité. La taille et l'architecture des macromolécules sont affectées par :

- Des *coupures*, qui peuvent induire une baisse de la masse moléculaire des macromolécules, ce qui peut entraîner des dégradations des propriétés mécaniques. Un processus de dépolymérisation n'est en général que possible à des températures élevées. La température de transition vitreuse Tg diminue avec la masse moléculaire des chaines macromoléculaires.
- Des *soudures*, entraînant des réticulations entre les chaînes, principalement sur des groupes réactifs n'ayant pas encore réagis.
- Une modification des groupes latéraux, par réactions chimiques.
- Une *oxydation* des monomères

Dans un contexte de vieillissement, les coupures et soudures restent majoritairement des processus « statistiques », c'est-à-dire qu'elles se répartissent aléatoirement le long des chaînes polymères. Dans le cas de vieillissements chimiques, thermo et photo activés, les deux phénomènes coexistent mais les coupures de chaînes ont majoritairement lieu dans les zones superficielles bien oxygénées, alors que les réticulations prédominent au cœur du matériau.

- **Vieillissement physique des polymères**

Lorsque la température se maintient en dessous de la T_g, la mobilité résiduelle des molécules permet une évolution lente vers une situation d'équilibre métastable. Cette évolution est appelée communément ***relaxation structurale***. La relaxation structurale dans les polymères amorphes peut résulter en un tassement des chaînes, qui ne se fait ressentir qu'à 0,1% voire 0,01% de la densité, mais qui libère ainsi un volume libre qui contribue fortement à la mobilité moléculaire (Struik 1978). La relaxation structurale n'entraîne pas de variations de masse ni de variations de masse molaire des chaines macromoléculaires. Il s'agit donc bien d'un vieillissement physique et non chimique. Concrètement la relaxation structurale a pour conséquences résumées par Fayolle (2005) : (1) une diminution de la complaisance en fluage, (2) une augmentation de la contrainte au seuil haut de la plasticité et surtout, (3) une fragilisation plus ou moins importante du matériau.

Certains facteurs extérieurs peuvent accélérer ou activer le vieillissement chimique des polymères. L'exposition à la lumière (principalement les UV), à l'oxygène de l'air, des températures très élevées, l'hydrolyse sont des facteurs extérieurs qui conduisent à un vieillissement prématuré des composites. La photo-oxydation, particulièrement spécifique à l'environnement extérieur à la lumière naturelle, conduit à une oxydation catalysée par les irradiations UV. L'oxygène de l'air est consommé avant qu'il ne diffuse à l'intérieur du composite de telle sorte que l'oxydation est plus concentrée près de la surface. Les gradients d'oxydation peuvent causer des gradients de densité dans le matériau et conduire à des contraintes internes sur le long terme.

- **Effet de l'absorption de solvant**

Le facteur extérieur conduisant aux pertes de propriétés mécaniques les plus importantes est l'absorption par le matériau de solvant, le plus souvent de solution aqueuse. L'effet d'un milieu humide sur la corrosion des métaux est bien connu, mais les conséquences de l'exposition des matériaux polymères est moins claire et peut présenter des mécanismes divers (physiques et chimiques). Un polymère est d'autant plus hydrophile qu'il présente des liaisons hydrogène ou des groupements hydrophiles. Les polymères naturels sont hydrophiles de nature. Les polyépoxydes et les polyamides sont, de façon générale, très sensibles à l'action de l'eau (Verdu 2000, Fayolle 2005).

Outre l'accélération du vieillissement chimique par les molécules d'eau et les différents produits chimiques contenus dans le solvant, l'absorption de liquide conduit aussi à des dégradations physiques du matériau. Les études sur l'absorption d'eau par les résines époxy suggèrent que le transport de l'eau au sein de la résine dépend directement de la présence de macro pores dans la structure du polymère ainsi que de l'affinité du polymère pour l'eau. La présence de macro pores dépend de la morphologie et de la réticulation du polymère. Le caractère hydrophile du polymère est le résultat de la présence de groupements le long de la chaîne pouvant créer des liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau (Colombini 2002). Tout comme dans la structure du béton, les molécules d'eau sont présentes au sein du polymère sous forme 'libre' dans les cavités, et sous forme 'liée' en interaction avec les groupements hydrophiles des macromolécules (Apicella 1981, Hayward 1997).

Le ***phénomène de plastification*** apparaît lorsque les molécules d'eau s'insèrent dans le réseau macromoléculaire et brisent les liaisons faibles de type Van der Waals ou liaisons hydrogène entre les groupes polaires portés par les chaines. Cette interaction nuit à la cohésion mécanique du réseau, qui participe à la rigidité du matériau, et augmente ainsi la mobilité moléculaire. La plastification entraine une chute du module d'élasticité et apparition d'un comportement caoutchoutique (Fayolle 2005). La plastification facilite le phénomène de post-réticulation en augmentant la probabilité de « rencontre » de certains sites réactifs (Verdu 2002).

➔ **Conséquence 1** : Gonflement du composite

La décohésion partielle des chaines macromoléculaire facilite aussi le phénomène de ***gonflement*** du polymère sous l'action de l'accumulation de molécules d'eau entre les chaines du polymère qui tendent ainsi à s'écarter. Le gonflement du polymère est un phénomène a priori réversible par assèchement. Néanmoins l'utilisation au cours des dernières quarante années de composites à hautes performances, essentiellement à matrice époxy, a mis en évidence des séquelles irréversibles pour les propriétés du matériau.

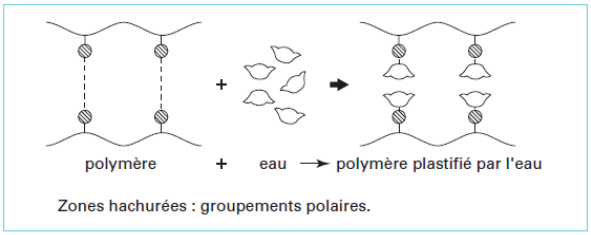


Figure 1 – Effets de plastification dans une macromolécule

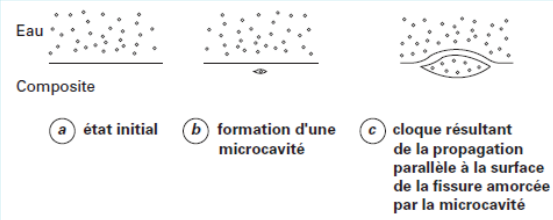


Figure 7 – Schématisation des étapes successives de la formation d'une cloque

Figure 96 : Schémas explicatifs des phénomènes de dégradation de composites par absorption de solvant (Verdu 2002).

Ces endommagements sont généralement observés lorsque le gonflement du polymère se fait de façon hétérogène. On parle alors de ***gonflement différentiel***. Le gonflement se faisant proportionnellement à la quantité de solvant absorbé, la surface se met donc à gonfler avant le cœur du matériau, ce qui crée des contraintes mécaniques. Lorsque cette contrainte dépasse le seuil de contrainte du matériau apparaît un endommagement sous forme de fissure ou de craquelure. L'endommagement irréversible peut être suivi par des essais mécaniques après dessiccation du matériau. Dans les composites à renforts fibreux naturels, dans notre cas des fibres de lin, la matrice absorbe moins et ainsi gonfle moins que les fibres naturelles. Il y a donc un gonflement différentiel et développement de contraintes à l'interface fibre-résine, qui peut mener à terme à une ***décohésion***. Tout comme dans les bétons, les micro-vides peuvent conduire à une accumulation d'eau, qui lors de changements de températures, gel ou dilatation, induit elle aussi des contraintes pouvant conduire à des fissures.

Après dessiccation du polymère hydraté, on observe généralement une dégradation réversible par modification physique du matériau (volume libre, contraintes internes…) et/ou une dégradation irréversible, conséquence d'une modification chimique du polymère (rupture de macromolécule, hydrolyse). Les deux conséquences principales de la dégradation réversible du polymère sont la plastification et le gonflement.

➔ **Conséquence 2 :** Abaissement de la température de transition vitreuse

Une première conséquence directe de la pénétration de solvant au sein des polymères est ***l'abaissement de la température de transition vitreuse T_g***. En effet le mélange polymère-solvant est caractérisé par une température de transition vitreuse intermédiaire entre celle du polymère et celle du solvant, toujours beaucoup plus basse.

Il existe plusieurs approches physiques pour aborder ce phénomène. La plus couramment citée se base sur la théorie du volume libre dont les deux hypothèses principales sont : (1) que la fraction de volume libre à $T>T_g$ est une fonction additive des volumes libres des deux composants, et (2) que la fraction du volume libre à Tg est une constante universelle (f=0.025). Il en découle suite aux calculs entrepris par A. Bondi (1968), la formule suivante :

$$\frac{1}{Tg} = \frac{1}{Tgp} + A.v \quad avec\ A = \frac{1}{Tgs} - \frac{1}{Tgp}$$

Avec A le coefficient de plastification, T_{gp} la température de transition vitreuse du polymère sec et T_{gs} la température de transition vitreuse du solvant. L'effet plastifiant du solvant augmente la

mobilité moléculaire, ce qui permet donc un changement de conformation des chaînes macromoléculaires à une température plus basse que celle du polymère sec. Sur le plan pratique la chute de la transition vitreuse porte surtout à conséquence dans une place de température d'utilisation T_u telle que : $T_{gp} > T_u + 100\ K > T_g > T_u$. Il s'agit d'une zone où la contrainte au seuil de plasticité σy est étroitement lié à Tg selon : $\sigma_y = C.\ (T_g - T_u)$ selon Kambour (1983). En première approximation, on assiste donc à une chute de la contrainte au seuil de plasticité proportionnelle à l'évolution de la température.

Ellis & Karasz (1983) ainsi que par la suite Mc Kague et coll. (1998) ont pu mettre en évidence une baisse de la température de transition vitreuse pour des résines époxy en accord avec les prédictions théoriques basées sur le modèle du volume libre (Ellis & Karasz 1984).

➔ **Conséquence 3** : Migration d'adjuvants

Lors de pluies ou d'immersion du polymère, l'extraction des adjuvants tels que des stabilisants ou des plastifiants, est favorisée. Le polymère contenants des additifs se trouve hors équilibre puisque la concentration de ces additifs à l'air est normalement nulle. Ceux-ci subissent donc un phénomène de diffusion vers la surface du matériau. La présence de solvant tel que l'eau dans le matériau facilite la diffusion des additifs par la plastification des chaines ainsi que leur extraction une fois en surface. La migration des adjuvants se traduit par la perte des propriétés assurées par leur présence (Fayolle 2005).

Bilan sur les mécanismes de vieillissement des polymères :

- La température et le temps ne sont jamais des causes de vieillissement. En l'absence d'autres facteurs influents, c'est l'instabilité propre du matériau qui cause l'évolution, la température ne fait qu'accélérer les cinétiques.
- Des facteurs extérieurs tels que l'irradiation d'UV, le contact avec de l'eau ou l'oxygène de l'air, peuvent activer ou accélérer les phénomènes de vieillissement des polymères.
- Les changements mécaniques de résistance et module à la traction et l'évolution de la température de transition vitreuse T_g sont les meilleurs indicateurs directs de la durabilité des composites.

Le vieillissement peut agir sur chacun des constituants de manière individuelle ou combinée, mais également à l'interface entre les fibres et la matrice, qui est très souvent un lieu privilégié de dégradation, par une altération des différents phénomènes de l'adhésion (Mortaigne 2005). La matrice comme le renfort endurent les attaques de l'environnement et les phénomènes de vieillissement propres aux polymères organiques. On assiste donc au vieillissement du matériau composite couplé au vieillissement de l'interface béton/composite par des phénomènes similaires. Le vieillissement de l'interface béton-composite est donc indissociable du vieillissement du composite lui-même.

2.1.2 Vieillissement des FRP de renfort en génie civil

De nombreuses recherches ont été consacrées à la notion de durabilité des matériaux composites de renfort et ont été rassemblées par les différentes directives de dimensionnement en génie civil (ACI 440.18, fib Bulletin 40, ...). Les matériaux de renfort utilisés en génie civil subissent les effets combinés de l'environnement extérieur et des contraintes mécaniques auxquels ils sont soumis de par leur fonction. L'environnement extérieur est un ensemble de facteurs que l'on peut décrire concrètement par le cycle des saisons avec la pluie, des variations de températures allant de températures élevées en été à des températures parfois négatives en hiver, les irradiations de la lumière du soleil ainsi que le contact avec des solutions basiques issues du contact avec le béton.

Les principales inquiétudes concernant les facteurs environnementaux sur les composites de renfort en génie civil sont l'absorption d'humidité, les attaques alcalines, les cycles en température/humidité, les températures très élevées, les irradiations UV, ainsi que la fatigue, le fluage et la résistance au feu (Benmokrane 2015).

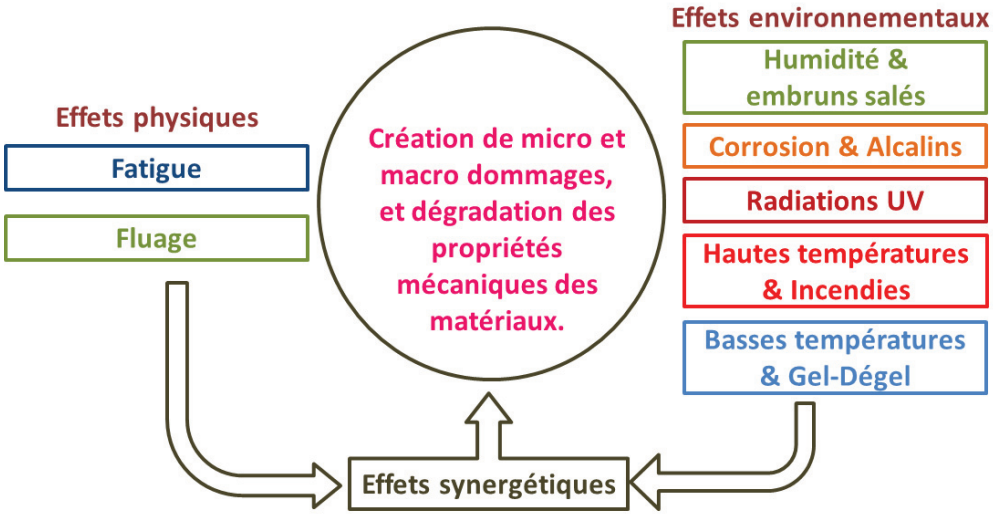


Figure 97 : Effet synergétique des facteurs physiques et environnementaux (Carvelli 2015).

Les études de vieillissement accéléré sont souvent préférées aux essais de vieillissement naturels pour des raisons évidentes d'impossibilité de mener les essais en temps réel à l'échelle de temps des études en laboratoires. Parmi les tests de vieillissement accéléré se distinguent les tests incluant seulement un ou deux facteurs de vieillissement comme un degré d'humidité à une température donnée par exemple, et les tests enceinte climatique reproduisant le plus fidèlement possible un environnement extérieur par des cycles de pluies, UV, variations de températures. Ces vieillissements sont parfois couplés à des contraintes mécaniques afin de déterminer leurs effets synergétiques.

Pour des raisons de facilité d'expérimentation et d'interprétation des résultats, les tests incluant seulement un ou deux facteurs de vieillissement sont les plus présents dans la littérature. Ces essais permettent en particulier de déterminer l'influence spécifique des différents facteurs. Les multiples recherches menées sur ce sujet s'accordent que le facteur extérieur conduisant aux

pertes de propriétés mécaniques les plus importantes est l'absorption par le matériau de solvant aqueux (fib Bulletin 40).

- **Tests des composites de renfort par vieillissement accéléré**

Les cycles de vieillissement accéléré doivent être paramétrés de façon pertinente afin d'accélérer le vieillissement sans introduire de dégradations qui ne seraient pas apparues en environnement naturel. Pour les composites de renfort, les multiples études montrent que le vieillissement est drastiquement accéléré à des températures proches de la Tg. Toutefois ces températures sont rarement atteintes en environnement naturel. Gentry et al. (1998) recommandent donc de maintenir les températures de vieillissement inférieures de 10 à 15°C à la T_g.

L'effet de l'absorption et de la diffusion de solutions aqueuses dans les matériaux composites et la liaison avec le support béton ont été étudiés à différents taux d'humidité et en immersion totale, à différentes températures. Il apparait des différentes études que le couplage entre la température et l'humidité est complexe car un changement de température induit des changements de coefficients de diffusion. L'ajout de paramètres supplémentaires, comme de solutions alcalines ou salées, ou des irradiations UV, rend la détermination de l'impact de chaque paramètre très complexe.

D'une manière générale, l'effet de l'absorption de solution aqueuse conduit à une chute des propriétés mécaniques (module et contrainte) définitive même après séchage des matériaux (Mc Bagonluri 2000, Saadatmanesh & Tannous 1997, Dejke 2001). Les matrices époxy ou vinyle subissent une plastification par les molécules d'eau qui interfèrent dans les liaisons Van der Waal des chaînes polymères ce qui cause le gonflement, les chutes des propriétés et des déformations à rupture plus importantes (Banks & Gentry 1995). La dégradation des propriétés mécaniques des composites s'intensifie au-delà de 40°C à 60°C selon les résines, ce qui correspondrait à la limite de la température de transition vitreuse (Bank 1998). L'effet de la température est difficile à quantifier puisqu'elle agit à la fois sur la vitesse de sorption et sur la structure interne du polymère de la matrice.

Abanilla et al. (2006) et Luo et al. (2006) ont caractérisé l'impact de solutions aqueuses à différentes températures. Les composites stratifiés au contact semblent être plus sensibles au vieillissement que les plats pultrudés de par leur hétérogénéité, leur porosité non négligeable et leur taux de résine plus élevé. L'absorption de solvant conduit à une diminution de la température de transition vitreuse et des propriétés mécaniques en traction. La dégradation de la contrainte à rupture est mise en corrélation avec la dégradation de l'interface fibre-matrice tandis que le module de traction E est beaucoup moins affecté. Karbahri et al. (2007) soulignent l'importance de la structure des composites stratifiés au contact sur l'impact des facteurs de vieillissement. Le taux des dégradations augmente avec le nombre de plis dû à l'augmentation de zones riches en résine. Un compromis doit donc être trouvé pour optimiser le grammage du tissu afin de limiter le nombre de plis tout en préservant une bonne imprégnation des fibres.

Marouani et al. (2012) ont comparé des essais de vieillissement de matériaux composites CFRP à matrice vinylester et epoxy vieillis dans une enceinte climatique exposés à des facteurs

partiellement couplés de cycles gel-dégel, d'humidité et température de 20°C/50°C. Il apparait que pour les deux températures de vieillissement les propriétés mécaniques des composites s'améliorent de +10 - 25% sur les 15-20 premières semaines avant de commencer à se dégrader. Cette observation est attribuée à la post-réticulation de la résine polymère, la température de transition vitreuse des composites suivant une évolution parallèle. La dégradation des propriétés mécaniques qui s'ensuit dans un deuxième temps a été mise en relation principalement à la détérioration de l'interface entre les fibres et la matrice (Marouani 2012).

Tableau 49 : Exemples de tests de durabilité menés en solutions aqueuses.

Références	**Composite**	**Environnement**	**Evolution des propriétés**
Bank et al (1995)	GFRP/VE	Eau 40°C, 80°C (1 an)	$\sigma_{flexion}$ de -45% (40°C), -85% (80°C)
Luo et al. (2006)	CFRP/EP	Eau 37°C/80°C (1800h)	$\sigma_{cisaillement}/\sigma_{flexion}$/E de -50%/-15%/-5% (à 37%), -69%/-15%/-5% (à 80°C)
Abanilla et al. (2006)	CFRP/EP	Eau 23°C/37,8°C /60°C , eau salée 23°C (100 semaines)	$\sigma_{traction}$/E/Tg de -1%/-5%/-27% (23°C) -12%/-12%/ - (37,8°C) -19%/-27%/-29% (60°C) -3%/-12%/-26% (23°C eau salée)
Karbhari et al. (2006)	GFRP/VE	Eau 40°C/60°C/80°C (75 semaines)	$\sigma_{traction}$ de -47% (40°C), -62% (60°C), -70% (80°C).

Les études se rejoignent sur l'importance de l'interface au niveau de la durabilité de composite en milieu humide (Wagner 1994, Dejke 2001). En effet l'utilisation d'agents de couplage (ensimage silane des fibres de verre par exemple) minimise le phénomène de déchaussement du renfort et améliore nettement la durabilité des propriétés (Gaur 1994). L'impact de la diffusion de solution aqueuse sur les propriétés de l'interface apparait comme bien plus grave que sur les propriétés de la matrice elle-même.

Les conséquences de l'absorption de solutions corroborent les phénomènes décrits précédemment :

- Perte de propriétés de la matrice par plastification.
- Dégradation de l'interface fibres-matrice.
- Gonflement différentiel des matériaux entraînant l'apparition de contraintes internes pouvant créer des fissures à partir de défauts existants ou lors du retrait.
- Pénétration dans le composite des agents agressifs extérieurs (oxygène, agents basiques…)

Les agents agressifs extérieurs ou contenus dans les solutions aqueuses sont principalement des agents basiques de par le contact avec le milieu cimentaire du béton à des valeurs de pH de 12-13, ou parfois chlorés après le salage des routes en hiver pour éviter le gel. Les FRP ne semblent toutefois pas être particulièrement touchés de façon importante par les chlorures ou le processus de carbonatation (fib Bulletin 40). L'impact plus spécifique de la basicité du béton sur les propriétés des composites par contre a fait l'objet de nombreuses études avec des solutions alcalines de $NaOH_2$ ou KOH ou des mises en situations réelles en contact avec un support béton (Machida 1993, Bank 1998, Scheibe 1998, Bakis 1998). La directive fib Bulletin 40 propose une revue assez complète de nombreux tests effectués en solutions alcalines avec certaines en

combinaison avec des cycles de gel (Gangarao & Vijay 1997), des températures élevées (Clarke 1998, Porter 1997) et/ou des contraintes physiques (Benmokrane 2005, Dejke 2001). Il est à noter que les solutions alcalines de synthèse sont la plupart du temps bien plus agressives que les solutions réelles. Les solutions basiques attaquent à la fois les propriétés des fibres et de l'interface (Bank 1998). En présence de contraintes mécaniques couplées à un milieu basique chimiquement agressif, les composites GFRP subissent de fortes diminutions des propriétés mécaniques (19-29% ULS) allant jusqu'à -15% sur la contrainte en traction (Benmokrane 2005).

Tableau 50 : Exemples de tests de durabilité menés en solutions aqueuses alcalines. (fib Bulletin 40)

Références	Composites	Environnement	Pertes de propriétés
Bank et al. (1998)	GFRP / VE	NH_4OH-30% à 23°C (225 jours)	$\sigma_{traction}$ de -12%
Steckel et al. (1998)	CFRP-CFRP	$CaCO_3$ (pH 9.5) (125 jours)	Pas de pertes sauf un CFRP $\sigma_{traction}$ de -10%

Les observations des attaques alcalines observées par les différents auteurs se rejoignent sur :

- Les solutions alcalines conduisent à un ramollissement pouvant aller jusqu'à la dissolution des chaines polymères, des changements de coloration et des fissurations des composites, qui se traduisent par des pertes de propriétés mécaniques ;
- Le couplage à des contraintes mécaniques conduit à une accélération rapide des dégradations ;
- Des dégradations importantes des propriétés des composites fibres de verre (GFRP) sont observées en milieu alcalin surtout à températures élevées. Les composites à fibres de carbone (CFRP) sont beaucoup moins sensibles aux alcalins.

Les études sur l'impact du vieillissement thermique sur les composites hors solutions aqueuses (Gélébart 2007) mettent en évidence des phénomènes concurrents à la fois de bonification lorsque les températures restent égales ou inférieures à la Tg et de durcissement de la matrice certainement par post-réticulation et de dégradation principalement par thermo-oxydation. L'oxydation se faisant par diffusion de l'oxygène au sein du matériau, le degré de dégradation dépend directement de la géométrie des éprouvettes, de la nature du polymère et de la durée d'exposition. L'exposition des composites de renfort aux UV a elle aussi fait l'objet de plusieurs études (Signor 2003, Startsev 1999, Bank 1995, Kato 1997). La matrice polymère subit des dégradations de surface qui se traduisent par une perte de brillance, un jaunissement de la coloration, l'apparition de craquelures et des pertes de masses. Ces phénomènes restent toutefois relativement superficiels de telle sorte que les fibres ne sont pas directement touchées par ces phénomènes.

De façon générale les études s'accordent sur les effets des différents facteurs environnementaux conduisant à des pertes de propriétés des composites (humidité, UV, températures élevées). Cependant ces essais ne donnent pas accès à la durée de vie des systèmes de renforcement. Tout au plus permettent-ils de pointer les facteurs les plus agressifs et de souligner l'importance de la mise en œuvre et du choix des matériaux sur la qualité des renforcements.

- **Vieillissement spécifique de l'interface composite –béton**

La liaison entre le composite et la surface béton est elle-aussi directement impactée par l'humidité. Plusieurs études ont été menées sur la durabilité spécifique de l'interface composite-béton (Frigione 2006, Toutanji 1997, Silva 2008, Marouani 2008). L'exposition à l'environnement extérieur conduit à une dégradation de l'adhérence par plastification de la matrice polymère et une dégradation des liaisons.

Karbhari et al. (2009) ont comparé l'évolution de l'interface de composites CFRP et GFRP stratifiés au contact et préfabriqués soumis à des immersions en solutions aqueuses, des environnements humides et des cycles de gel-dégel sur plus de 24 mois. La qualité de l'interface est ensuite caractérisée par arrachage pull-out. Les cycles de gel-dégel conduisent à la détérioration la plus marquée de l'interface, les autres environnements conduisent à des pertes ~50% de la force d'arrachage. De plus pour certains composites stratifiés au contact, l'arrachage conduit à une rupture dans le composite qui confirme une perte de cohésion interne (Karbhari 2009).

Benzarti et al. (2011) ont évalué l'impact d'un environnement agressif (40°C-95%RH) pendant 2 ans sur les propriétés de l'interface composite CFRP-béton par arrachage pull-out et par tests de cisaillement. Leurs observations montrent que l'humidité subie à l'interface composite-béton provient en grande partie par diffusion de l'eau dans le support béton. Un gel-coat en surface du composite ne pourra donc que partiellement protéger l'interface de l'humidité extérieure. De plus lors des tests de cisaillement le mode de rupture évolue d'une rupture dans le support béton, vers une rupture et/ou un décollement du composite. Ainsi le composite et l'interface subissent tous les deux des dégradations par plastification. Toutefois la charge à rupture ne semble pas être affectée par l'évolution du mode de rupture. Le suivi de l'évolution des contraintes de la longueur d'ancrage révèlent une redistribution des contraintes dans les composites et une sollicitation sur une longueur de transfert bien plus importante. Il s'ensuit que Benzarti et al. (2011) conseillent d'utiliser des tests de cisaillement plus complets et sensibles pour caractériser la durabilité des interfaces plutôt que les tests d'arrachage (Benzarti 2011).

- **Prédiction du comportement à long terme des composites**

Le vieillissement réel subi par le système de renfort est un couplage complexe des différents paramètres étudiés incluant un ensemble de facteurs comme la pluie, des variations de température allant de températures élevées en été à des températures parfois négatives en hiver, les irradiations de la lumière du soleil ainsi que le contact avec des solutions basiques issues du contact avec le béton. De plus en plus d'études essayent de reproduire cet environnement naturel de façon accélérée afin d'avoir accès à des valeurs des propriétés mécaniques équivalentes à 10 ans, 20 ans voire 100 ans d'exposition naturelle et pouvoir adapter les coefficients de sécurité lors du dimensionnement.

Différentes méthodes sont utilisées pour essayer de prédire les propriétés mécaniques à long terme des composites. Bank et al. (2003) proposent une procédure en supposant que l'absorption de solvant aqueux est le facteur principal de vieillissement des composites de

renfort. Les composites sont soumis à au moins 3 températures de vieillissement et au moins 4 périodes d'immersion. Une régression des données en fonction du temps à partir de la relation temps-température basée sur la relation d'Arrhenius permet d'extrapoler les propriétés mécaniques sur plusieurs dizaines d'années. L'utilisation d'équivalence temps-température implique que les mécanismes en chargement monotone sont identiques pour toutes les températures et qu'une loi cumulative de dommage peut être utilisée (Bank 2003).

Une autre approche consiste à simuler un environnement naturel en enceinte climatique en exposant les échantillons à des cycles d'exposition aux rayonnements UV, à l'humidité et à des variations de températures chaud-froid. Ces essais ont l'avantage de conduire à des dégradations beaucoup plus rapides qu'une exposition naturelle et d'être reproductibles. Cependant les résultats des tests de vieillissements accélérés présentent rarement de corrélation exacte avec ce qui se passe en condition réelle en raison de la régularité des cycles, la durée, l'intensité et les conditions d'exposition des facteurs de vieillissement choisis. De plus certains facteurs sont quasiment impossibles à reproduire tels que la pollution de l'air ou l'acidité des pluies.

2.1.3 Vieillissement des composites à matrice polymère et renfort de fibres naturelles.

Globalement les composites renforcés de fibres naturelles sont sujets aux mêmes phénomènes et aux mêmes mécanismes de dégradation que les composites à renfort synthétique. Comme les composites synthétiques, l'humidité est le facteur de vieillissement le plus agressif. Toutefois la nature hydrophile des fibres naturelles les rend beaucoup plus sensibles à l'humidité que les composites à renfort de fibres synthétiques. En effet l'absorption d'humidité des fibres naturelles peut être très élevée, typiquement de 0.7 à 2% au bout de 24h, 1-5% au bout d'une semaine et jusqu'à 20% au bout de plusieurs mois pour des composites renforcés de fibres de bois (Dittenber 2012).

Les fibres naturelles sont composées principalement de fibres de cellulose dans une matrice de lignine. Elles peuvent elles-mêmes être assimilées à un composite dans lequel les mésofibrilles de cellulose sont arrangées en spirale au sein d'une matrice polysaccharide amorphe constituée d'hémicelluloses et de pectines. Bien que la cellulose soit résistante à l'hydrolyse et aux alcalins, les hémicelluloses sont hydrophiles et peuvent être hydrolysées par des acides et des bases. Les hémicelluloses de la paroi végétale sont les composants responsables de l'absorption de l'humidité dans les fibres naturelles (Methacanon 2010). Le phénomène d'absorption est encore plus accentué par la morphologie souvent creuse (lumen) des fibres. La manière dont les matériaux composites absorbent l'eau dépend de plusieurs facteurs tels que la température, la fraction volumique de fibres, l'orientation du renfort, la nature de la matrice et des fibres, la zone de surfaces exposées et la présence de protection de surface (Joseph 2002).

Les fibres de lin en particulier sont très sensibles à l'humidité (Satyanarayana 2009). Yan et al. (2014) présentent une revue des études sur la durabilité des composites polymères à renfort de fibres de lin comprenant les dégradations dues à l'humidité, les effets thermiques, le feu et les rayons ultraviolets. L'absorption d'humidité par les fibres naturelles affecte leurs propriétés

physiques, mécaniques et thermiques (Dhakal 2007). En effet la teneur en humidité dans la fibre influe sur le degré de cristallinité, l'orientation cristalline, la résistance à la traction, et la porosité des fibres. Comme les polymères des matrices, la présence d'eau peut conduire à un vieillissement physique et chimique des polypeptides naturels contenus dans les fibres comme la cellulose qui confèrent aux fibres leur résistance mécanique (Satyanarayana 2009, Shubhra 2011).

Les fibres naturelles sont plus sensibles aux attaques de l'environnement extérieur comme la biodégradation que les fibres synthétiques (Beg 2008). Les intempéries provoquent une dégradation du composite polymère par dégradation thermique, photo-oxydation et hydrolyse. Ces procédés conduisent à des changements dans leurs propriétés chimiques, physiques et mécaniques des fibres naturelles et de la matrice. Les hémicelluloses sont les composants les plus sensibles aux dégradations thermiques, biologiques et à l'humidité de par leur nature hydrophile. Les lignines, elles, sont sensibles à la photo-oxydation. Les fibres se doivent donc d'être bien enrobées de matrice afin de ne pas être en contact direct avec l'environnement extérieur (Wang 2005). Les essais de vieillissement accéléré sur les composites naturels se doivent donc de combiner l'effet des rayonnements UV, de la chaleur et de l'humidité. Outre les dégradations chimiques et physiques, le taux d'humidité élevé dans le composite favorise les activités biologiques telles que la croissance de champignons et les attaques microbiennes (biodégradation) (Stamboulis 2000).

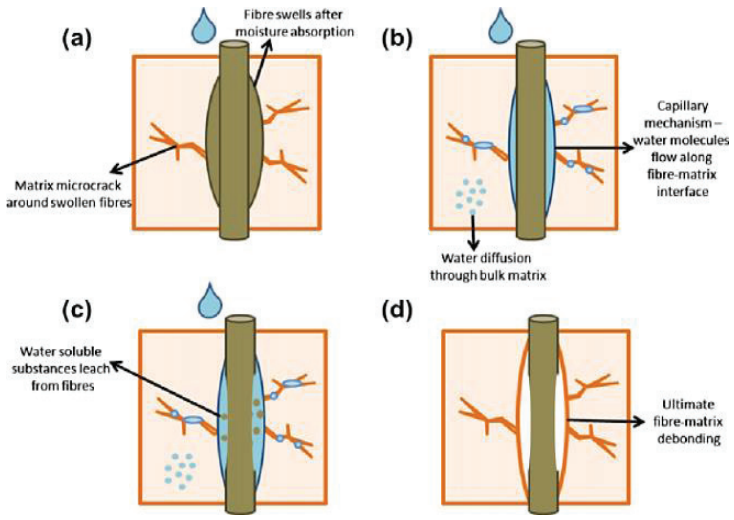


Figure 98 : Effet de l'absorption d'eau sur l'interface fibre-matrice (Azwa 2013).

L'absorption d'eau réduit aussi directement l'adhérence fibre-matrice. Lorsqu'un composite polymère naturel est exposé à l'humidité, l'eau pénètre et se fixe sur les groupes hydrophiles des fibres, en établissant une liaison hydrogène intermoléculaire rompant ainsi certaines liaisons permettant l'adhérence fibre-matrice. Ce phénomène est d'autant plus important que les matrices polymères ont une nature chimique hydrophobe. De plus sous l'effet de l'absorption d'eau, les fibres naturelles gonflent créant des concentrations de contraintes locales dans la matrice qui peuvent mener à des microfissurations. La lixiviation de substances solubles à la surface des fibres accentue la décohésion entre les fibres et la matrice (Joseph 2002). Les études sur la durabilité des composites à fibres naturelles montrent que le taux volumique des fibres

influe directement sur le taux d'absorption du composite et en conséquence sur les propriétés de durabilité (Azwa 2013).

La comparaison de l'influence du vieillissement en immersion dans l'eau de composites renforcés par fibres de verre et fibres de lin par Assarar et al. (2011) confirme la sensibilité des fibres de lin à l'absorption d'eau. En effet la prise en eau pour les composites verre se stabilise vers 1%, tandis que la prise de masse et de 13.5% pour les composites lin. De plus après 40 jours d'exposition les composites lin subissent une évolution du module de -40% , de la contrainte à rupture de -15% de la contrainte à rupture et de +60% de la déformation tandis la dégradation du module des composites verre est inférieur à 8% et de l'ordre de 10% pour la contrainte à rupture.

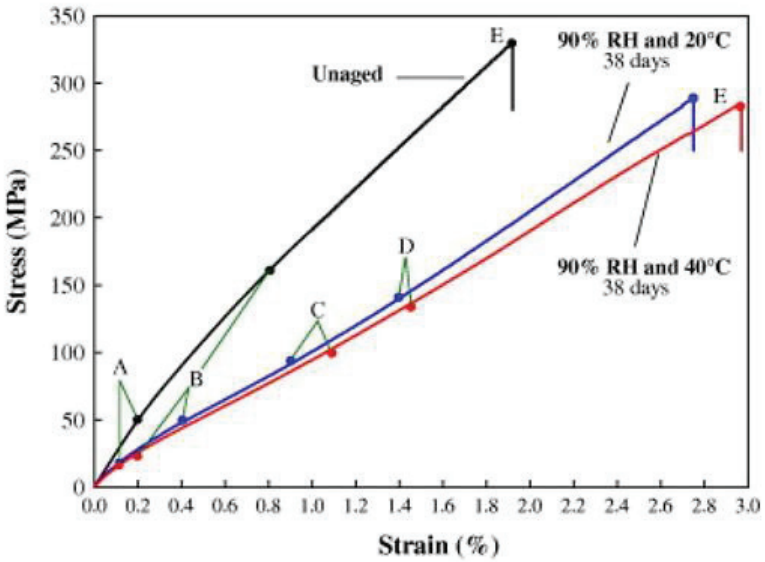


Figure 99 : Evolution des courbes de traction-déplacement des composites lin/époxy après 2 mois en environnement RH 90% à 20°C et 40°C (Scida 213)

Scida et al. (2013) ont décrit l'influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques des composites époxy renforcés par fibres de lin unidirectionnels soumis à un RH de 90% à 20 et 40°C. L'absorption en eau suit un comportement Fickien. Après vieillissement pendant 2 mois il apparait que le module de Young des composites a diminué de -60% tandis que la traction à rupture n'a subi qu'une réduction de -14% pour les deux températures d'exposition. La diminution de ces deux propriétés pourrait être expliquée par une réorientation des micro-fibrilles de lin et de l'effet plastifiant de l'eau sur la matrice, qui sont tous deux stimulés par l'absorption d'humidité. Le comportement initial des composites présente une partie initiale linéaire élastique, suivie d'un adoucissement et ensuite d'un partie finale linaire. Pour les composites vieillis par contre, après la partie initiale linéaire, les courbes sont décrites par deux portions linéaires : une étape de baisse de la rigidité, suivie par augmentation modérée de la pente de la courbe jusqu'à la rupture. Ce comportement, en trois phases linéaires, a été observé pour les fibres de lin seules par Baley (2002) et avec des composites époxy renforcés de fibres de lin unidirectionnelles par Cherif et al. (2012). L'évolution du comportement des

composites vieillis pourrait s'expliquer par une réorientation collective de micro-fibrilles de lin stimulée par l'absorption d'humidité (Scida 2013).

Afin d'améliorer les propriétés de durabilité des composites, l'adhésion entre les fibres et la matrice peut être améliorée par des traitements chimiques. L'amélioration de la liaison fibre-matrice limite le gonflement des fibres qui ne peuvent plus créer de liaisons de surface avec les molécules d'eau. Les traitements alcalins de mercerisation (par KOH ou NaOH) éliminent les groupements hydroxyles et dissolvent les hémicelluloses hydrophiles, limitant la prise en eau du composite (Dittenber 2012). Des traitements de comptabilisation par des agents de couplage en surface des fibres améliorent l'adhésion fibres-matrice par la création de liaisons hydrogène et chimique. Parmi ces agents de couplage, les silanes, aussi utilisés avec les fibres de verre, et le MAPP (anhydride maléique de polypropylène) sont très souvent mentionnés (Xie 2012, Arbelaiz 2000).

La durabilité de l'interface entre les fibres de lin et une matrice époxy a fait l'objet d'une étude spécifique par Le Duigou et al. (2013). Des fibres unitaires de lin ont été introduites dans une goutte de matrice. L'évolution de la contrainte de cisaillement interfaciale (ISS) a été caractérisée par la contrainte à rupture de l'assemblage. La contrainte de cisaillement interfaciale diminue avec le temps d'immersion dans l'eau pendant les 15 premières minutes puis se stabilise à une valeur de 40% de l'ISS initial. Le séchage après des temps d'immersion court conduit au rétablissement des propriétés initiales ce qui confirme les mécanismes de plastification. Pour des temps d'immersion prolongés (>14h) la dégradation de l'interface est irréversible. De plus initialement la rupture se produit avec l'entraînement de résidus de matrice, validant une rupture dans la matrice et non pas à l'interface, ce qui n'est plus que partiellement le cas pour les éprouvettes vieillies. La perte d'adhérence est expliquée par l'hydrolyse des liaisons amines et époxydes avec les groupements hydroxyles à la surface des fibres de lin (LeDuigou 2013).

Une autre spécificité des fibres végétales est leur faible température de dégradation par rapport aux fibres synthétiques. Gassan et Blezki (2001) ont observé des dégradations des propriétés mécaniques des fibres de jute et de lin à des températures proches de 170°C. Or les fibres végétales sont communément utilisées comme fibres de renfort de thermoplastiques conduisant à des matériaux recyclables voire biodégradables quand associées à des matrices adéquates. Toutefois les biopolymères thermoplastiques nécessitent une température de transformation de plus de 150°C, rarement inférieure à 200°C. Gourier et al. (2014) se sont penchés sur l'influence de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques en traction de fibres de lin. En deçà de 190°C les propriétés mécaniques ne semblent pas être affectées par un traitement thermique de 8 min. A 250°C le module et la contrainte subissent une nette dégradation. Cependant les mesures thermogravimétriques ne montrent pas de changement de la composition biochimique des fibres de lin, ce qui conduit à supposer que la température modifie la structure interne et les interactions entre les composants.

2.2 Choix des essais de vieillissement

Les essais de durabilité soulignent l'agressivité des facteurs environnementaux et la complexité des phénomènes dus à des facteurs combinés. En effet les études de la durabilité par vieillissement accéléré des composites de renfort montrent des pertes de propriétés mécaniques allant jusqu'à 20% des valeurs de module et de contraintes pour les composites renforcés avec des fibres de verre à des températures habituelles d'usage. Lorsque la température des essais se trouve au-delà de la température de transition vitreuse, la dégradation peut atteindre jusqu'à 50% des propriétés. L'interface composite-béton est elle aussi sujette au vieillissement par plastification de la résine sous l'effet de l'humidité.

Les composites renforcés de fibres végétales sont particulièrement sensibles à l'humidité. La nature hydrophile des fibres conduit à un gonflement, une prise en eau et une dégradation des propriétés plus importants que pour les composites renforcés de fibres synthétiques. La dégradation des propriétés atteint jusqu'à -15% de la contrainte et -60% du module dans le cas d'un vieillissement hygrothermique à 40°C.

De plus comme le remarquent Karbhari et al. (2007) les composites stratifiés au contact sont d'autant plus sujets au vieillissement que le procédé de mise œuvre conduit à une structure interne hétérogène avec des zones plus riches en résine, des porosités et une imprégnation des faisceaux de fibres parfois incomplète à cœur.

Plusieurs points cruciaux sont à prendre en compte entre autres lors du choix des essais de vieillissement :

- Les phénomènes mis en jeux lors du vieillissement se produisent dans chacun des composants (béton/matrice/fibres) et tout particulièrement aux interfaces entre les composants. En conséquence tous les essais de durabilité seront menés à la fois sur le composite seul et avec des composites liés à un support béton ;

- Une augmentation de la température permet d'accélérer certains mécanismes du vieillissement comme la relaxation structurale ou la diffusion des solvants. Au-delà de la température de transition vitreuse de la matrice, le vieillissement des composites s'accélère drastiquement, mais de nouveaux phénomènes peuvent intervenir comme une post-réticulation de la matrice ;

- L'effet combiné de plusieurs facteurs environnementaux et/ou des contraintes physiques conduit à une dégradation beaucoup plus rapide des propriétés. Les essais ne sélectionnant qu'un ou deux facteurs de vieillissement ne donnent pas accès à la durée de vie des systèmes de renforcement ;

- De nombreux essais de durabilité ont été menés avec des composites de renfort et avec des composites renforcés de fibres naturelles. Toutefois aucun essai ne semble cibler la durabilité de composites stratifiés au contact avec des fibres naturelles.

Dans le but de vérifier si la dégradation des propriétés mécaniques dans un environnement de service usuel ne remet pas en question l'utilisation du lin comme fibres de renfort, les essais de vieillissement doivent être menés à la fois sur le composite et sur l'interface béton/composite. De plus, seul un vieillissement climatique peut mener à des données pertinentes pour avoir accès à la durée de vie du système de renforcement. C'est pourquoi en premier lieu des essais de vieillissement climatique reproduisant les conditions de service d'un composite de renfort ont été mis en place.

Le composite lin stratifié au contact a été exposé à l'environnement extérieur pendant un an. En parallèle des essais de vieillissement climatique artificiel accéléré ont été menés avec différents composites dans une enceinte. Les essais de vieillissement climatique accéléré ne présentant pas de résultats univoques et exploitables, dans un deuxième temps un vieillissement hygrothermique à 70°C est mis en place afin de déterminer les propriétés résiduelles ultimes des composites. Des coefficients de réduction environnementaux sont finalement déterminés à partir des résultats de vieillissements naturel et hygrothermique et comparés avec les données des composites commerciaux.

3. Impact du vieillissement climatique

Le composite lin stratifié au contact a été exposé à l'environnement extérieur. En parallèle des essais de vieillissement climatique artificiel accéléré ont été menés avec différents composites dans une enceinte. Théoriquement le vieillissement accéléré permet de reproduire une dégradation climatique équivalente à 10-100 ans en extérieur. La comparaison des vieillissements extérieur et en enceinte est censé permettre de valider l'équivalence exposition extérieur/nombre de cycles en enceinte.

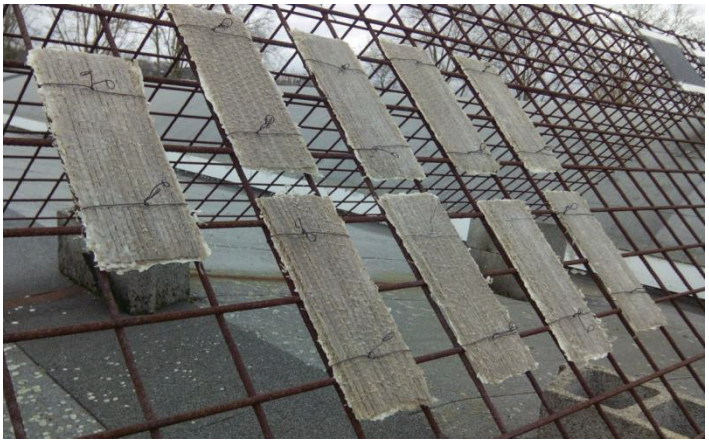
3.1 Vieillissement climatique naturel

3.1.1 Mise en place du vieillissement climatique naturel

Le vieillissement naturel a été effectué en environnement extérieur sur le toit et dans la cour du laboratoire.

- 10 plaques de composites Lin UD220 g/m² (x3) de dimensions 11 cm x 28 cm ont été attachées sur un plan incliné d'un angle de 45° face au Sud à environ 1 m du sol.

- 5 éprouvettes de cisaillement à double recouvrement avec un composite Lin UD220 g/m² (x4) ont été placées dans la cour, à 10 cm du sol.



(a) Vieillissement naturel des composites seuls.

(b) Vieillissement naturel des éprouvettes de cisaillement à double recouvrement.

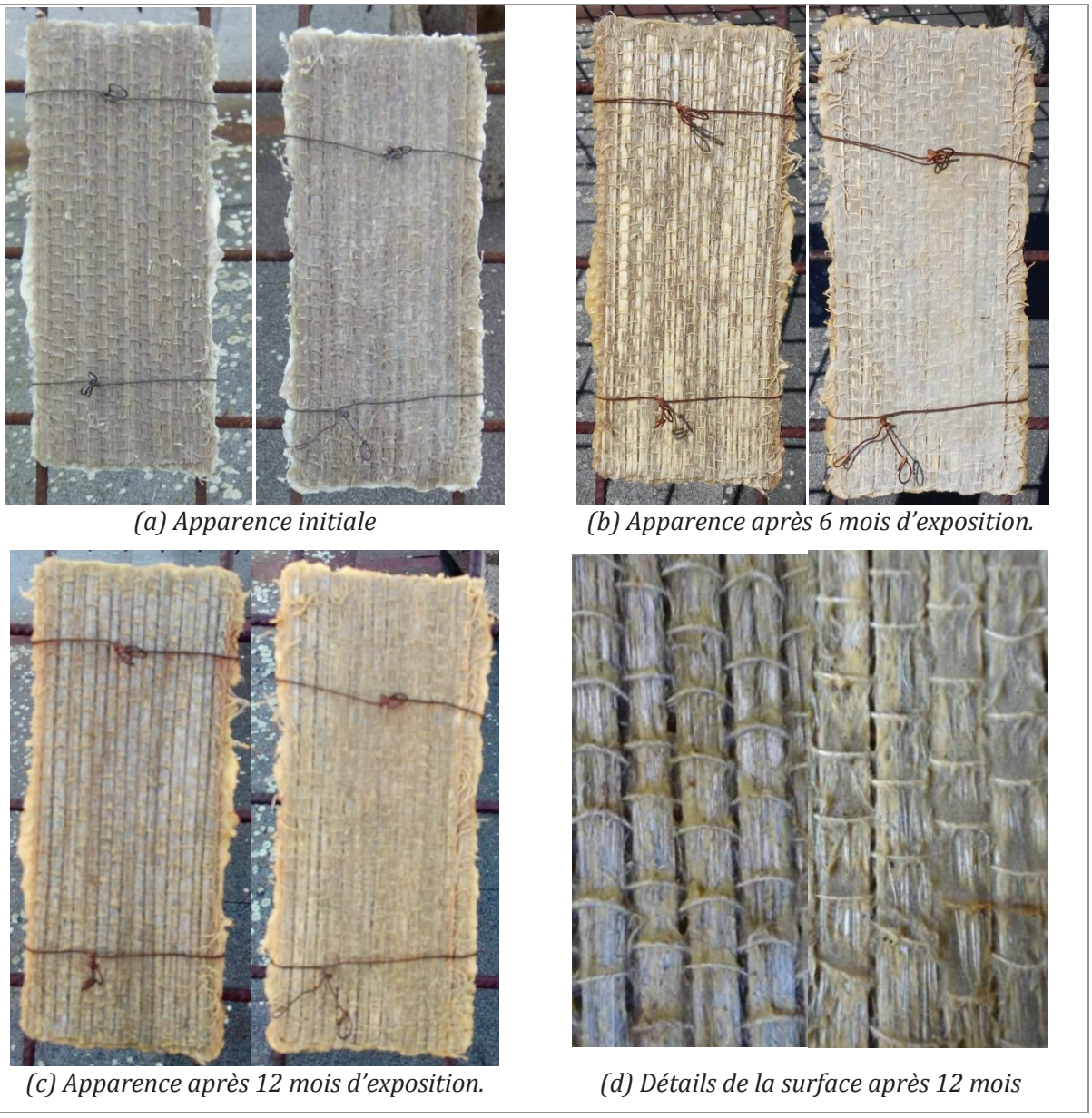
Figure 100 : Mise en place des éprouvettes pour le vieillissement naturel.

Tous les 3 mois une à deux plaques composites sont descendues du toit. Influence du vieillissement naturel sur les propriétés des composites

- **Evolution de l'apparence extérieure des composites**

Les photographies de la Figure 101 illustrent l'évolution de l'apparence des composites au cours des 12 premiers mois. Une première observation concerne l'apparence extérieure des plaques composite. Au cours des mois d'exposition, les fibres de lin blanchissent tandis que la résine époxy devient mate et subit un jaunissement de plus en plus marqué vers l'orange. Ces observations confortent les résultats attendus suite à la photo-oxydation induite par l'irradiation

de la lumière du soleil (Wang 2005, Marouani 2010). Les zones en contact avec les fils métalliques utilisés pour accrocher les plaques au support n'ont pas subi de coloration ou de changement spécifique visuellement notable.



(a) Apparence initiale

(b) Apparence après 6 mois d'exposition.

(c) Apparence après 12 mois d'exposition.

(d) Détails de la surface après 12 mois

Figure 101 : Evolution de l'apparence des composites Lin UD 220-x3 au cours du vieillissement naturel.

L'apparence de la surface varie aussi légèrement entre le composite ayant plus ou moins de résine Epx TFC en couche de fermeture en surface. Au bout de 6 mois, durant la période estivale, la résine subit un jaunissement marqué, et les fibres blanchissent. Chez les composites ayant une très faible couche de fermeture, la résine semble s'être rétractée laissant les fibres de lin apparentes avec des résidus de résines agglomérés sous les fils de trame. Au bout de 12 mois la résine en surface prend une teinte blanchâtre-grise en plus du jaunissement et prend une apparence poreuse. Au premier abord, la matrice polymère semble avoir subi des dégradations plus importantes que les fibres de lin. Celles-ci bien que mises à nue dans certaines zones ne présentent pas de dégradations visibles autres que leur blanchiment. Il pourrait être intéressant

de commencer le vieillissement naturel à des moments décalés pour différentes éprouvettes afin de déterminer si l'apparence poreuse blanchâtre de la matrice résulte de l'impact du froid et du gel lors de la période hivernale ou juste à l'exposition prolongé à l'humidité et aux UV. De plus les conditions du début du vieillissement naturel (chaud/froid, sec/humide) pourrait aussi impacter directement la suite des phénomènes de dégradation.

3.1.2 Influence du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques des composites

L'influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques des composites lin/époxy a été caractérisée par tests de traction jusqu'à rupture des composites. Après avoir été découpées à la scie à eau aux dimensions 2,5 cm x 25 cm, les éprouvettes de traction sont laissées 2 semaines en conditions ambiantes à ~20°C avant d'être testées. Les propriétés mécaniques déterminées sont donc des propriétés résiduelles.

Un léger gonflement du composite au cours du temps se traduit par une augmentation de l'épaisseur de 3,2 mm à 3,4 mm au bout de 6 mois. Le Tableau 51 rassemble les résultats des essais de traction.

Tableau 51 : Propriétés mécaniques nettes des composites Lin UD220-x3 soumis au vieillissement naturel. (Courbes de traction en Annexe 2)

Durée de l'exposition	Nb spc.	Ep (mm)	Effort tensile (kN/cm)	Contrainte (MPa)	Module E1(GPa)	Module E2 (GPa)	Déformation à rupture (%)
0 mois	8	3.2	2.90± 0.33	181± 32	22.1± 1.21	15.4 ±1.43	1.40±0.10
3 mois	4	3.3	2.95± 0.24	195± 16	19.5± 1.75	12.8±0.66	1.50±0.02
6 mois	8	3.3	2.71± 0.17	184± 11	19.9± 0.88	13.8 ±0.35	1.34±0.09
9 mois	4	3.4	2.60± 0.29	177± 20	16.9± 1.52	12.5±1.00	1.49±0.04
12 mois	8	3.4	2.45± 0.08	167± 5	15.4±0.29	11.4 ±0.88	1.41±0.04

Le suivi de l'évolution des courbes de contrainte-déformation offre un bilan très visuel des résultats. La Figure 102 présente une courbe de traction moyenne après 0 mois, 6 mois et 12 mois d'exposition à l'environnement extérieur. La pente des courbes diminue nettement traduisant une perte de module du composite allant jusqu'à -25% sur E_2. La contrainte de rupture est elle-aussi diminuée de -12%. Ces observations confirment les résultats attendus pour une plastification de la matrice. La réponse en traction des éprouvettes provenant des plaques légèrement plus ou moins riches en résine de fermeture ne présentent pas de différences notables.

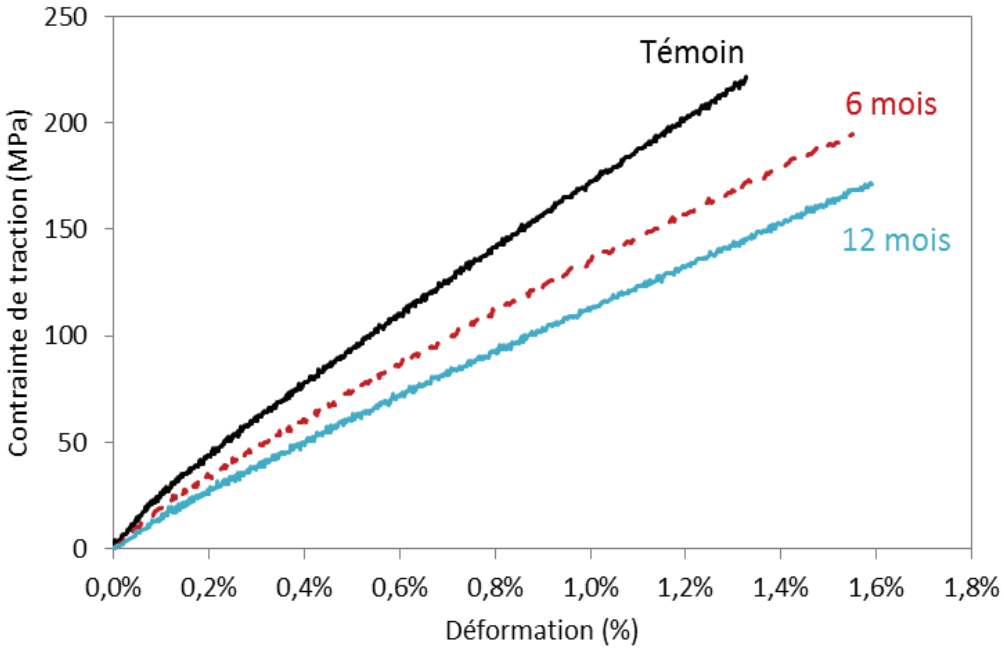
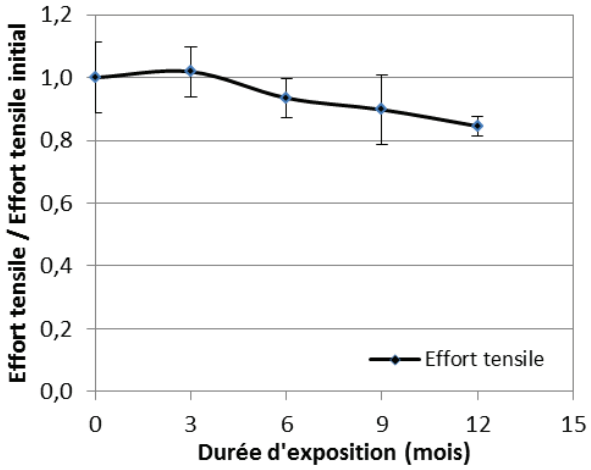


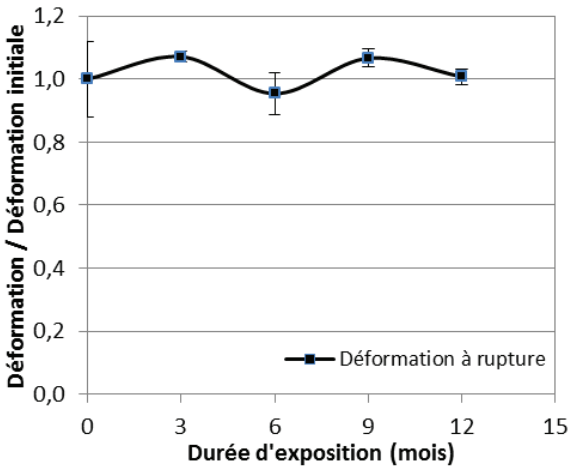
Figure 102 : Evolution des courbes de contrainte nette-déformation des composites Lin UD220-x3 au cours du vieillissement naturel.

Les séries de plaques composites utilisées pour les différents vieillissements n'ont pas été réalisées le même jour. Afin de pouvoir comparer de façon pertinente l'évolution des propriétés après les différents modes de vieillissement, les pertes sont calculées à partir des valeurs normalisées. Les valeurs des propriétés mécaniques sont divisées par la valeur initiale avant vieillissement.

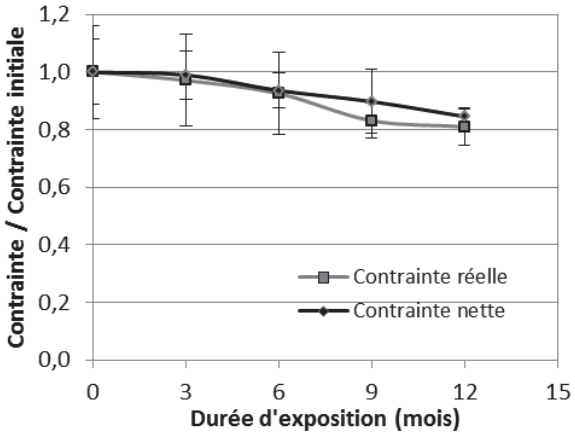
La Figure 103 illustre l'évolution des valeurs normalisées de la déformation à rupture, l'effort tensile, des modules E_1 et E_2 et de la contrainte au cours des 12 mois de vieillissement en environnement extérieur. Après une exposition de 12 mois à un vieillissement naturel, l'effort tensile subit une perte de -15%, la contrainte de -10%, et le module E_1 de -35% et le module E_2 de -25%. Il est important de souligner que les pertes calculées à partir des valeurs nettes et réelles de contrainte et de module donnent des résultats identiques. Les valeurs de la déformation à rupture ne varient pas façon à interpréter de tendance dans leur évolution. Les valeurs des modules diminuent dès les 3 premiers d'exposition. Les valeurs de contraintes et d'effort tensile restent relativement stables sur les 3 premiers mois, une diminution notable n'étant visible qu'à partir des 6 mois d'exposition.



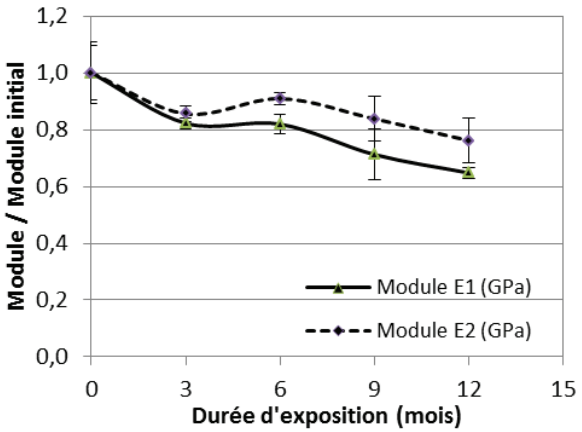
(a) Evolution de l'effort tensile lors du vieillissement naturel.



(b) Evolution de la déformation à rupture lors du vieillissement naturel.



(c) Evolution des contraintes nettes lors du vieillissement naturel.



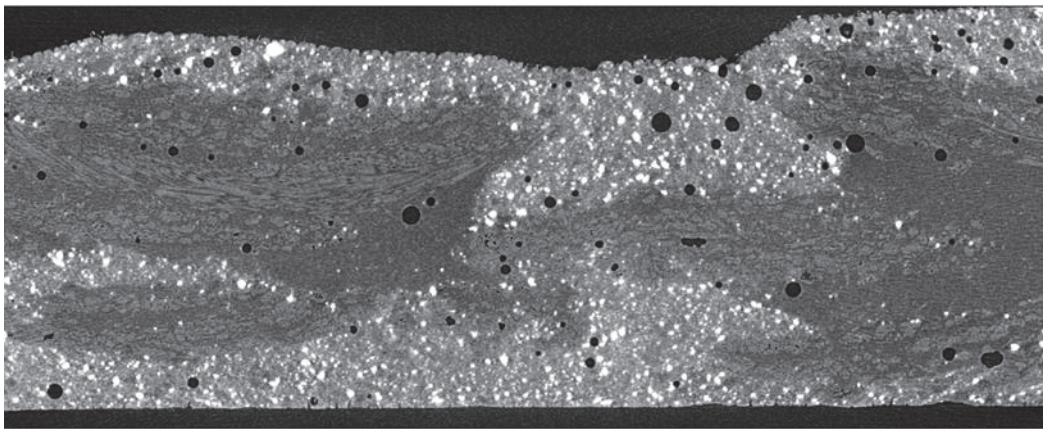
(d) Evolution des modules nets lors du vieillissement naturel.

Figure 103 : Evolution des propriétés mécaniques du composite UD220-x3 au cours du vieillissement naturel.

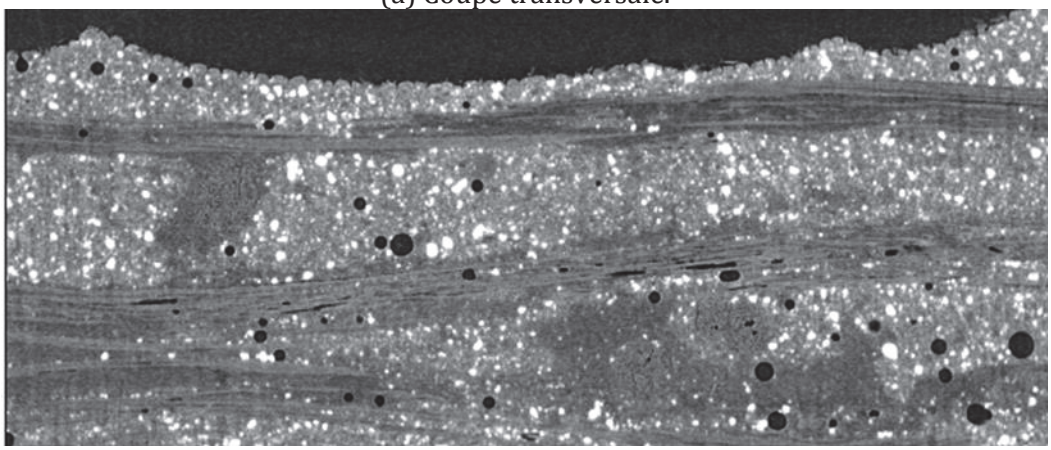
3.1.3 Influence du vieillissement naturel sur la structure interne des composites

Des observations au tomographe à rayon X ont été menées afin de visualiser l'impact du vieillissement naturel sur la structure interne du composite. Deux coupes, longitudinale (b) et transversale (a), sont présentées en Figure 105.

A première vue le composite ne présente pas de fissuration importante, ni la matrice, ni à l'interface entre les fibres et la matrice. Toutefois des zones de fissuration et une porosité plus importante sont visibles au sein des faisceaux de fibres de lin. De plus la résine en surface du composite présente une apparence irrégulière dentée comme poreuse. Cette attaque extérieure n'affecte la résine que sur une épaisseur de maximum 0,05 mm en surface du côté exposé au soleil et à la pluie. L'autre côté de la plaque composite semble beaucoup moins affecté par cette dégradation. Ces observations correspondent bien à l'apparence extérieure blanchâtre et poreuse de la surface du composite et reflètent le vieillissement dû aux UV et à la pluie sur la résine polymère.



(a) Coupe transversale.



(b) Coupe longitudinale.

Figure 104 : Observations par Tomographie à rayon X du composite UD220-x3 après 12 mois de vieillissement naturel.

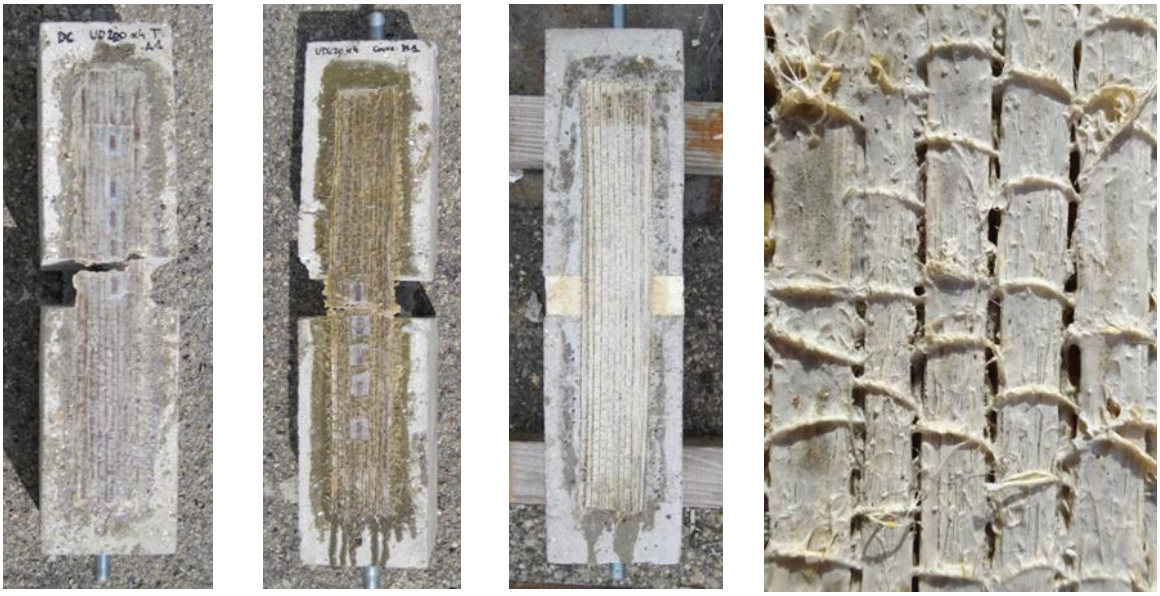
L'exploitation des images obtenues par tomographie conduisent à déterminer une porosité du composite de 2.5 % environ sur l'échantillon testé. Il a donc une augmentation de la porosité de +25% environ par rapport au composite Lin UD220 g/m² (x3) avant vieillissement. L'augmentation de porosité semble être principalement localisée à l'intérieur des faisceaux de fibres de lin. Cette remarque corrobore l'hypothèse du gonflement des fibres de lin suite aux intempéries des 12 mois passés qui conduit par cycles d'humidification séchage à la dégradation de l'interface fibres/matrice.

3.1.4 Influence du vieillissement naturel sur l'interface composite-béton

Une éprouvette de cisaillement à double recouvrement a été testée après 6 mois d'exposition à l'environnement extérieur dans la cour du laboratoire, les 3 autres après 12 mois.

- **Evolution de l'apparence extérieure des composites des tests de cisaillement**

L'apparence extérieure du composite lié à la surface béton suit la même évolution que le composite seul. Au bout de 6 mois la matrice subit un net jaunissement. Les fibres paraissent mises à nu en certains endroits, comme s'il y avait une perte de matière de la matrice. Au bout de 12 mois, la matrice en surface des composites prend une teinte blanchâtre poreuse.

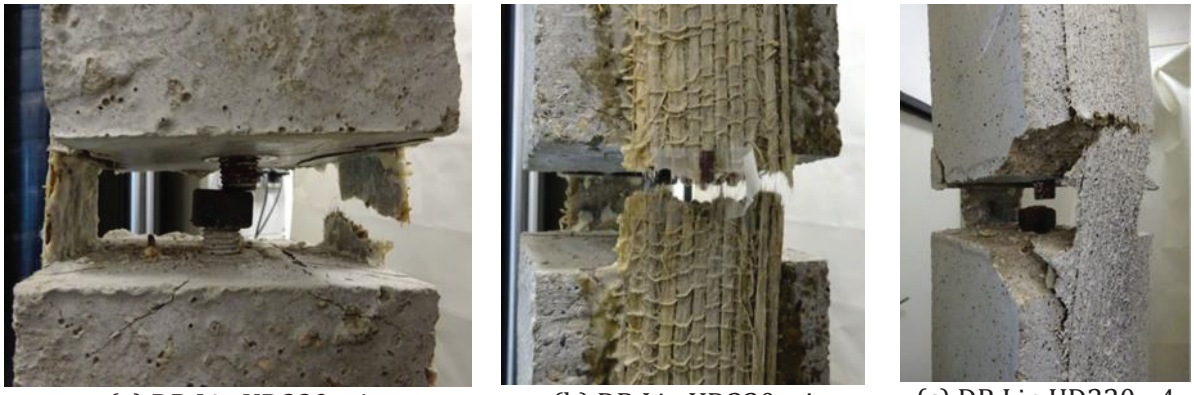


(a) (b) (c) (d)

Figure 105 : A gauche, apparence extérieure des éprouvettes de cisaillement à double recouvrement a)avant vieillissement, b) à 6 mois et c) à 12 mois d'exposition; d) détail de l'apparence du composite après 12 mois.

- **Evolution du mode de rupture**

Pour tous les essais de cisaillement à double recouvrement, la rupture se produit avec fissuration du béton, suivi d'une rupture du composite. La Figure 106 rassemble les modes de ruptures des éprouvettes testées :



(a) DR Lin UD220-x4 (6 mois) Ep1 (b) DR Lin UD220-x4 (12 mois) Ep1 (c) DR Lin UD220-x4 (12 mois) Ep3

Figure 106 : Modes de ruptures des éprouvettes de cisaillement après 6 et 12 mois de vieillissement naturel en extérieur.

- **Evolution des propriétés de l'interface**

Après 6 et 12 mois d'exposition en extérieur la contrainte de cisaillement à rupture est sensiblement la même, dans la marge de l'écart-type des éprouvettes non vieillies. Par contre la déformation de cisaillement à rupture est plus élevée de 0.4% environ après 6 mois et de 0.5% environ après 12 mois. Le peu d'influence du vieillissement sur la contrainte de cisaillement est relativement logique étant donné que la rupture se produit toujours par fissuration du béton avant la rupture du composite. Les propriétés du béton changent peu au cours des 12 mois. En

effets des tests de caractérisation de la force de traction de surface par arrachage pull-out conduisent à une force de 2.45±0.5 MPa après 12 mois contre 2.55 ±0.6 MPa avant vieillissement. Par contre l'augmentation de la déformation de cisaillement à rupture traduit une perte de rigidité de l'interface au cours du temps.

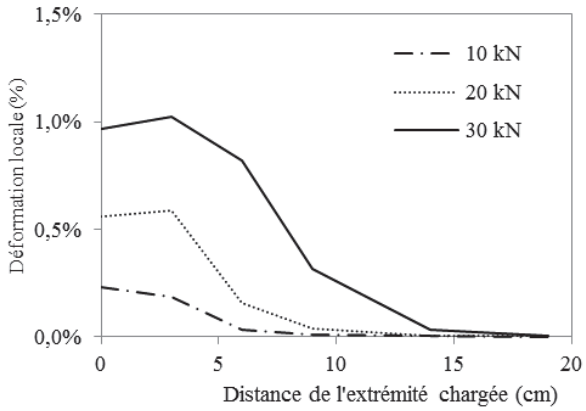
Le tableau suivant rassemble les données des tests des cisaillements sur le composite Lin :

Tableau 52 : Résultats des essais de cisaillement à double recouvrement pour les composites Lin UD220-x4 soumis au vieillissement naturel.

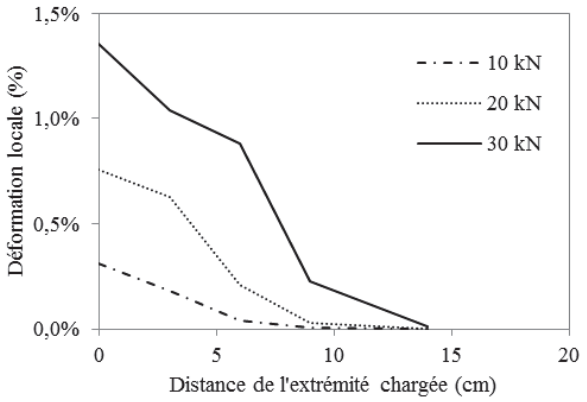
Durée exposition	Largeur composite b_f (mm)	Longueur d'ancrage L_{anch} (mm)	Spécimen	Charge à rupture $P_{u\ exp}$ (kN)	Contrainte de cisaillement $\tau_{adh,u}$ (MPa)	Déformation de cisaillement $\gamma_{adh,u}$ (%)
0 mois	70	200	Moyenne	**32.0(±3.3)**	**1.22 (±0.13)**	**1.22**
6 mois	70	200	1	**35.4**	**1.35**	**1. 60**
12 mois	70	200	1	30.1	1.06	1.76
			2	32.5	1.14	1.64
			Moyenne	**31.3 (±1.2)**	**1.10 (±0.4)**	**1.70 (±0.05)**

- **Evolution des contraintes et déformations locales le long du composite**

La Figure 107 présente l'évolution des déformations le long du composite avant et après les 12 mois d'exposition extérieure. Comme le remarquent Benzarti et al (2011), si la force à rupture des éprouvettes vieillies pendant 12 mois est relativement inchangée par rapport aux éprouvettes non vieillies, il y a redistribution de la contrainte le long du composite et une sollicitation sur une longueur d'ancrage efficace plus longue, passant de 4 cm à 6 cm. De plus les déformations du composite en partie libre semblent être plus élevées.



(a) Eprouvette Lin UD220 (x4) – Non vieillie – Ep2.

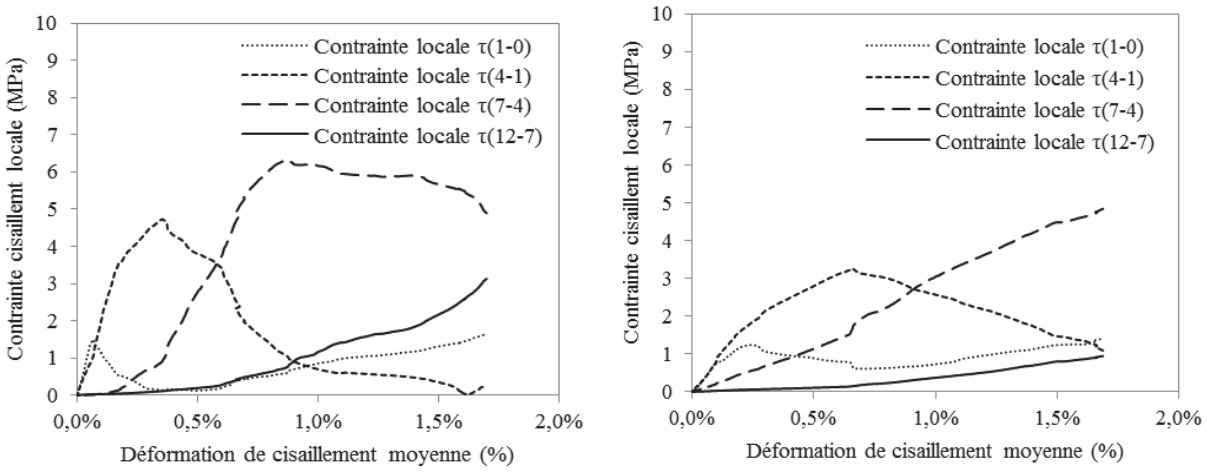


(b) Eprouvette Lin UD220 (x4) – Vieillissement naturel pendant 12 mois – Ep2.

Figure 107: Evolution des déformations locales le long du composite après vieillissement naturel.

Une analyse des contraintes locales le long du composite en Figure 108 révèle que la contrainte locale atteinte avant le déplacement de la zone de transfert vers l'extrémité non chargée diminue de 6 MPa à 4 MPa. Cette diminution traduit une dégradation de la qualité de l'interface qui pourrait être due à une plastification de la matrice ainsi qu'à un endommagement des interfaces

fibres/matrice et/ou béton/matrice. La répartition relative des contraintes reste similaire avec initialement un maximum de contraintes locales dans la zone située entre 1 et 4 cm de l'extrémité chargée, suivi d'un déplacement du maximum de contrainte locale dans la zone entre 7 et 12 cm à rupture.



(a) Eprouvette Lin UD220 (x4) – Non vieillie – Ep2.

(b) Eprouvette Lin UD220 (x4) – Vieillissement naturel pendant 12 mois – Ep2.

Figure 108 : Evolution des contraintes locales le long du composite après le vieillissement naturel.

- **Evolution du comportement global de l'interface composite/béton**

La Figure 109 présente l'évolution du comportement global de contrainte/déformation de cisaillement de l'interface au cours des 12 mois d'exposition en extérieur. Après 6 mois d'exposition la courbe de contrainte/déformation de cisaillement est confondue avec les courbes des éprouvettes non vieillies. Seule la déformation à rupture est bien décalée vers les hautes déformations.

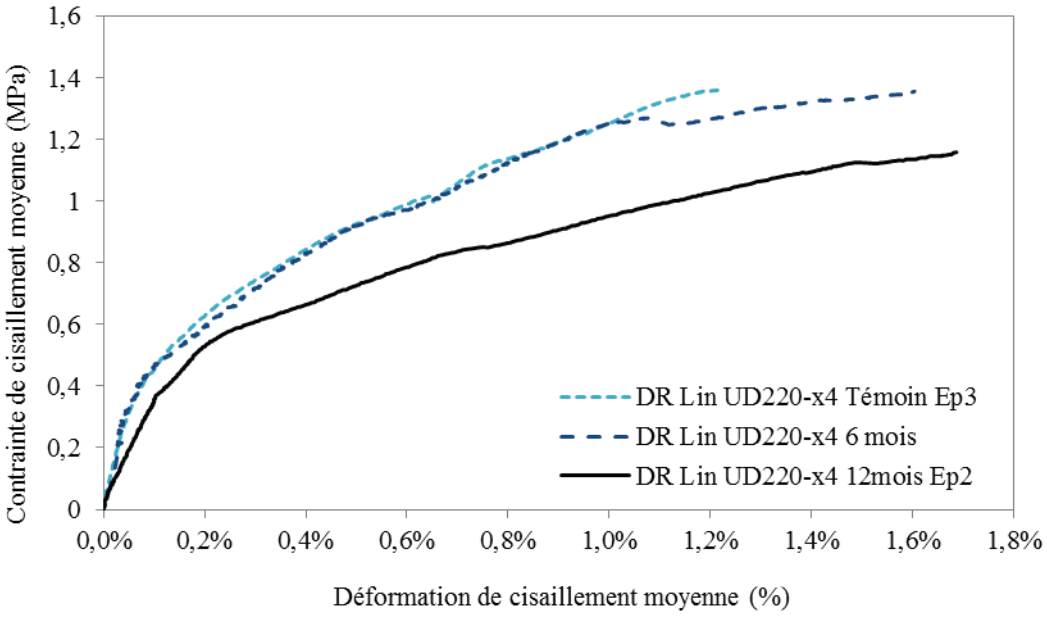


Figure 109 : Evolution du comportement en cisaillement de l'interface après 12 mois de vieillissement climatique naturel.

Après 12 mois d'exposition le module initial élastique de l'interface subit une perte de 50%. De plus la partie initiale élastique initialement limitée à une déformation de 0.05% est prolongée jusqu'à une déformation de 0.10%. La deuxième partie de la courbe après initiation de la dégradation de l'interface est elle aussi moins raide que celles des composites non vieillis. L'évolution de la courbe de contrainte/déformation de l'interface en cisaillement confirme la perte de rigidité de l'interface, qui peut s'expliquer par les différents mécanismes de pertes d'adhérence et de plastification de la matrice.

3.2 Vieillissement artificiel en enceinte climatique

Afin de déterminer si les propriétés des composites renforcés par fibres de lin ne subissent pas de dégradation qui les rendent impropres au renforcement extérieur de structures en béton, un vieillissement accéléré se révèle nécessaire. Assurément le vieillissement naturel en environnement extérieur reste certainement la méthode de test la plus fiable, toutefois elle ne permet pas d'obtenir des résultats probants sur une durée de test réaliste. Pour cela un vieillissement artificiel en enceinte climatique a été mis en place, reproduisant le plus fidèlement possible l'environnement naturel auxquels seraient soumis les composites durant leur usage.

3.2.1 Mise en place du vieillissement artificiel en enceinte climatique

- **Choix du cycle de vieillissement artificiel**

La norme de test NF T30-049 (Avril 1985) pour le vieillissement artificiel de revêtements peintures et vernis à usage extérieur a été retenue. En effet l'environnement extérieur auquel sont soumis ces revêtements est très similaire à l'environnement subi par les composites de renfort. Ils sont présents en surface de bâtiments, de ponts ou de structures diverses dans un environnement extérieur en contact direct avec les intempéries, les irradiations solaires et les différents agents de pollution. Le principe du test proposé par la norme consiste en une augmentation des variations thermiques rapides subies par le revêtement et non pas en une augmentation de l'agressivité des environnements eux-mêmes. Les conditions thermiques, de -20°C à 60°C sont réalistes pour des structures en environnement extérieur en France.

De plus une étude de Serres (1980) confirme que les essais de vieillissement de revêtements utilisés en génie civil et pour la sécurité des routes sur des surfaces métalliques avec la norme NF T30-049 présente une bonne corrélation avec les essais menés en conditions extérieures réelles sur plus de 20 ans par le laboratoire du LCPC des Ponts et Chaussées sur des revêtements de ponts. La qualité des propriétés mécaniques des revêtements à l'issu des vieillissements est caractérisée par une observation minutieuse de l'apparence extérieure et par des tests d'adhérence de résistance au pelage.

Une proposition de corrélation est introduite afin de reproduire un vieillissement réel d'une période de 10 ans faisant correspondre un nombre de cycles de vieillissement en fonction de l'exposition aux intempéries du revêtement et de sa situation géographique. Le Tableau 53 synthétise la corrélation proposée :

Tableau 53 : Nombre de cycles nécessaires afin de reproduire un vieillissement naturel de 10 ans (Serres 1980).

	Environnement		
Ponts	Rural	Urbain ou Industriel	Maritime
Parties visibles	210 (=5 sem)	252 (=6 sem)	336 (=8 sem)
Parties non visibles sans condensation	168 (=4 sem)	210 (=5 sem)	294 (=7 sem)
Parties non visibles avec condensation	210 (=5 sem)	252 (=6 sem)	336 (=8 sem)

Les cycles d'une durée de 4h se composent de 4 phases définies comme suit :

1) **Exposition à l'eau en pluie artificielle (30 min) :** L'eau utilisée est de l'eau déminéralisée à un pH de 7 ±0,2 et une température de 20°C ± 5°C. L'arrosage des éprouvettes de fait par un dispositif générateur de gouttes fines tombant sous une incidence de 30° à 45° sur les éprouvettes. La chambre d'essai est maintenue à une température de 20°C ± 5°C avec une humidité relative supérieure à 90% RH. Le débit de la pluie doit être suffisant pour maintenir les éprouvettes mouillées.
2) **Exposition au froid (1h) :** Les éprouvettes sont soumises à une température de -20°C ± 2°C.
3) **Exposition à la chaleur et à l'humidité (1h) :** Les éprouvettes sont soumises à une ambiance d'une température de 55°C ± 2°C et une humidité relative de 95% ± 5%.
4) **Exposition à la chaleur sèche et au rayonnement actinique (1h20) :** L'enceinte est maintenue à une température de 60°C ± 2°C et une humidité relative de 20% ± 5%. Pendant cette période les éprouvettes sont irradiées par une source lumineuse de type arc à xénon. L'énergie reçue par les éprouvettes dans la bande spectrale entre 300 et 400 nm doit être égale à 65 W/m² ± 10 W/m².
5) **Une pause de 10 min permet à l'enceinte de revenir aux conditions initiales.**

En fonction des conditions d'expositions à reproduire les cycles peuvent être additionnés d'une exposition de solutions de SO_2 0,7% et un brouillard salin à 5% à raison d'un cycle par semaine.

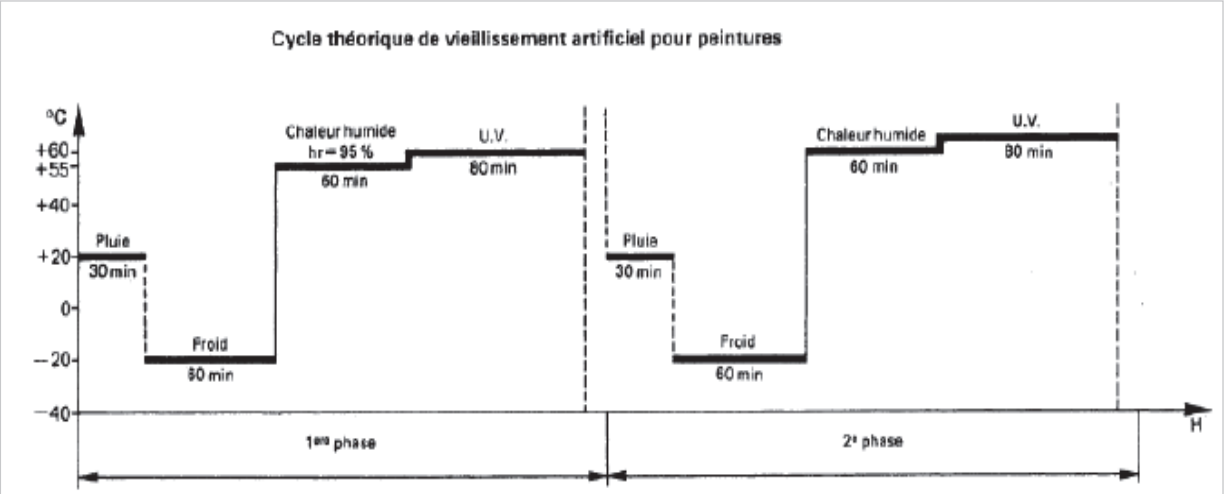


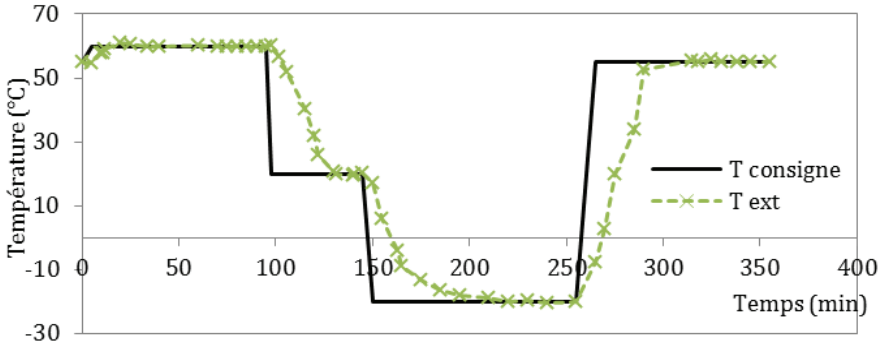
Figure 110 : Cycle de vieillissement défini par la norme NF T30-049 (Avril 1985).

- **Mise en place du vieillissement artificiel**

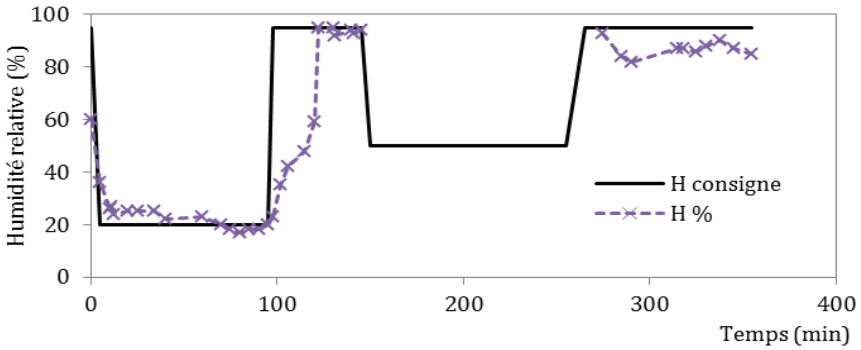
Les cycles décrits par la norme NF T30-049 ont été reproduits dans une enceinte commerciale Voetsch VC4018. L'enceinte a une capacité de 190litres, une large plage de température de -40 °C à 180 °C et une capacité d'humidité de 10 à 98% d'humidité relative entre 10 °C et 94 °C. L'humidification de l'air est assurée par une cuve d'eau déminéralisée.

Figure 111 : A gauche, enceinte Voetsch VC4018. Au centre, chambre externalisée avec les lampes UV intégrées au volet et reliée à l'enceinte par des tuyaux isolés. A droite, intérieur de la chambre avec le système de pluie faisant le tour du bac et les entrée/sortie de l'air venant de l'enceinte.

A cause de l'externalisation de la chambre climatique et des limitations propres à l'enceinte climatique, les variations de températures ne peuvent être reproduites par des changements instantanés de 20°C à -20°C et de 60°C à 55°C. Lors de la programmation du cycle selon les directives de la norme NF T30-049, il apparait qu'un temps non négligeable est nécessaire à l'enceinte climatique pour adapter les conditions aux consignes (Figure 112). Les températures et humidités relatives sont toutefois atteintes.



(a) Evolution de la température réelle et de consigne au cours du temps.



(b) Evolution de l'humidité relative réelle et de consigne au cours du temps.

Figure 112 : Evolution de la température et de l'humidité relative au sein de la chambre climatique lors du cycle de 4 h programmé selon les consignes de la norme NF T30-049.

Le cycle de consigne a en conséquence été adapté selon le graphique de la Figure 113 avec des plages d'exposition plus longues afin que les durées d'exposition préconisées par la norme aux différents environnements puissent être assurées. La période de pause a également été prolongée à 25 min afin que le cycle ait une durée de 6h, facilement programmable (4 cycles/jour). Des vérifications régulières sont assurées afin de vérifier la synchronisation des cycles et les conditions au sein de la chambre climatique.

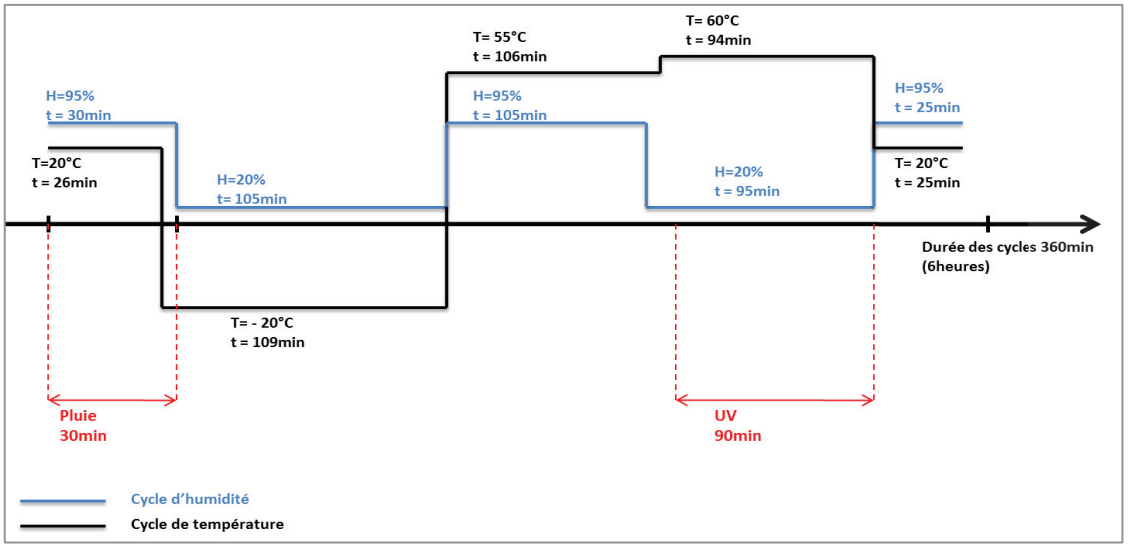


Figure 113 : Cycles de 6h programmés dans l'enceinte climatique pour le vieillissement artificiel.

3.2.2 Influence du vieillissement artificiel en enceinte climatique sur les propriétés des composites

14 plaques composites ont été introduites dans la chambre climatique pendant 250 cycles :

Tableau 54 : Récapitulatif des plaques composites introduites dans l'enceinte climatique:

	Composite stratifié contact Lin UD220-x3 (T1)	Composite stratifié contact Lin UD220-3 (T2) (ou TFC+)	Composite stratifié contact Verre 300-x3	Composite préfabriqué Lin UD400-x4
Sans gel coat	2 plaques (11cm x 28 cm)	2 plaques (11cm x 28 cm)	2 plaques (20 cm x 30 cm)	2 plaques (15 cm x 26 cm)
Avec gel coat	2 plaques (11cm x 28 cm)	2 plaques (11cm x 28 cm)	-	2 plaques (15 cm x 26 cm)

Les deux séries de composites à fibres de lin UD220-x3 T1 et T2 se distinguent par la quantité de résine épaisse Epx TFC en surface afin de déterminer si une couche de fermeture plus épaisse a une influence sur l'évolution des propriétés au vieillissement. La série T1 présente une couche de fermeture « usuelle » de 0.3 mm. La série T2, dénommée TFC+ pour faciliter la clarté des résultats, présente une couche fermeture de 0.8 mm.

Pour les composites à fibres de lin, les essais ont été doublés avec des plaques composites recouvertes d'un gel coat afin de déterminer si la protection de la surface conduit à une moindre dégradation des propriétés mécaniques lors du vieillissement. Le gel coat utilisé est un top coat blanc de finition SOLOPAST pré-accéléré et paraffiné, résistant à l'eau. La mise en œuvre a lieu par adjonction de durcisseur 2% PMEC à la phase liquide épaisse blanche. Le gel coat est ensuite appliqué en monocouche au pinceau sur les plaques composites 2 semaines après leur stratification. Un temps de prise minimal d'une semaine est respecté entre l'application du gel coat et le début des essais en enceinte.

Des plaques témoins réalisées en même temps que les plaques soumises au vieillissement artificiel sont conservées dans un environnement stable à 20°C sans source lumineuse majeure Ces plaques témoins sont testées en même temps que les plaques après 250 cycles de vieillissement artificiel afin de séparer l'impact du vieillissement artificiel des phénomènes propres à l'instabilité propre au matériau.

Un premier arrêt de l'enceinte climatique est effectué au bout de 140 cycles pour des raisons techniques de fermeture du laboratoire pendant la période estivale. Une plaque de chaque type de composite est testée en traction. Les éprouvettes restantes sont laissées dans l'enceinte ouverte pendant 1 mois, et ensuite soumises à 110 cycles supplémentaires avant d'être testées en traction.

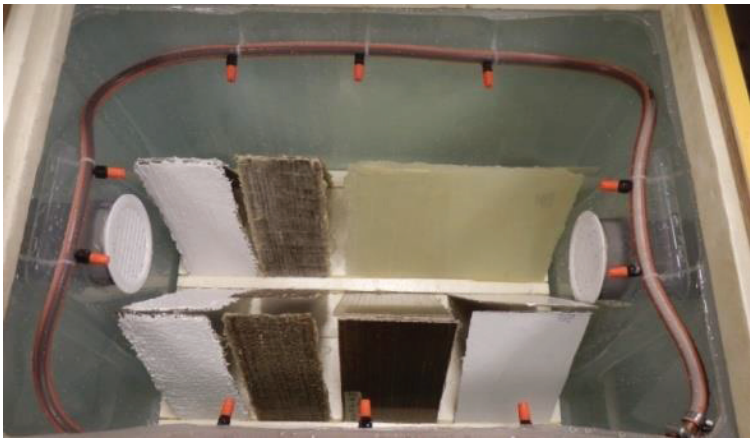


Figure 114 : Disposition des plaques composites au sein de la chambre d'essai afin d'assurer un arrosage entre 30° et 45° de la surface des plaques.

- **Evolution de l'apparence extérieure des composites au vieillissement artificiel**

Au cours du vieillissement artificiel l'apparence extérieure des composites évolue. Le Tableau 55 présente un aperçu de l'apparence des composites avant/après 250 cycles de vieillissement artificiel. Au cours des cycles dans l'enceinte, la matrice des composites stratifiés au contact prend une teinte jaune de plus en plus foncée. Le jaunissement de la matrice est plus marqué, et les fibres de lin moins blanchies, que lors du vieillissement naturel. Chez les composites Lin UD220-x3 (T1) avec une faible couche de fermeture, la résine semble s'être rétractée laissant les fibres de lin apparentes par endroit. Ce phénomène n'est pas observé pour le composite Lin UD220-x3 (T2) avec une couche fermeture épaisse. Les composites préfabriqués Lin UD400-x4 n'ont pas jaunis mais se sont nettement décolorés. La décoloration est légèrement plus marquée du côté supérieur exposé aux rayonnements UV. Pour les plaques revêtues du gel coat blanc, la face non exposée a subi les mêmes modifications que les plaques sans gel coat.

Pour les composites sans gel coat les deux faces ont subi le même changement de couleur et le même blanchiment des fibres. Les faces inférieures n'ont pas été protégées des UV et ont certainement aussi subi les irradiations bien qu'en moindre mesure.

Une déformation est spécifiquement notée pour les plaques à renfort de fibres de lin et revêtues de gel coat. Un point étonnant est la déformation opposée des plaques stratifiées au contact recourbées du côté avec gel coat, et des plaques préfabriquées recourbées du côté opposé au gel coat. Le recourbement pourrait s'expliquer par une rétractation du gel coat en surface, mais n'explique pas la différence de comportement entre les deux composites à fibres de lin.

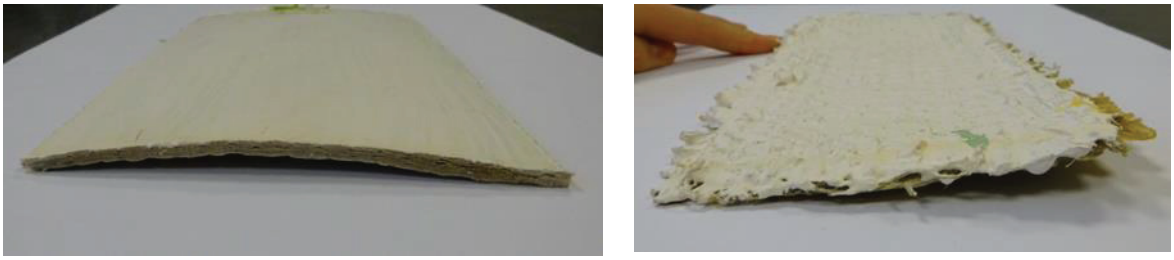
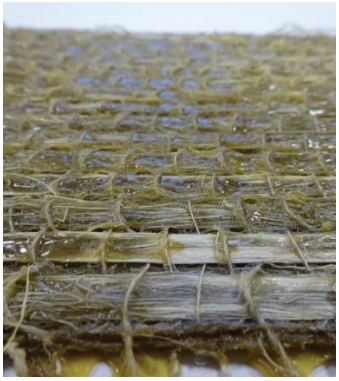
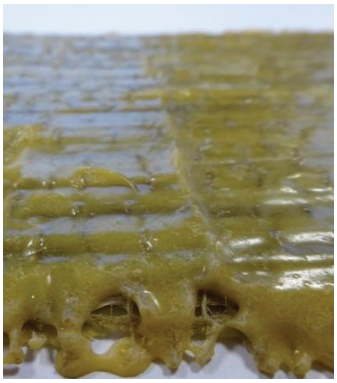


Figure 115 : Déformation des plaques composites à renfort de fibres de lin et revêtues d'un gel coat.

Tableau 55 : Évolution de l'apparence des composites vieillis dans l'enceinte climatique.

	Apparence avant vieillissement	Apparence après 250 cycles sans gel coat		Apparence après 250 cycles avec gel coat
Lin UD220-(x3) Epoxy (T1)				
Lin UD220-(x3) Epoxy (T2) (double couche de fermeture)				
Plats préfabriqués Lin UD400-(x4) Epoxy				
Verre 2D 300-(x3) Epoxy				

- **Propriétés mécaniques résiduelles des composites au vieillissement artificiel**

Après avoir été sorties de l'enceinte, les éprouvettes de traction sont découpées aux dimensions 25 cm x 2,5 cm comme défini en Partie II 2.2.2.1. Les éprouvettes sont conservées 2 semaines en conditions ambiantes à ~20°C avant d'être testées en traction jusqu'à rupture. Les propriétés mesurées sont donc des propriétés mécaniques résiduelles.

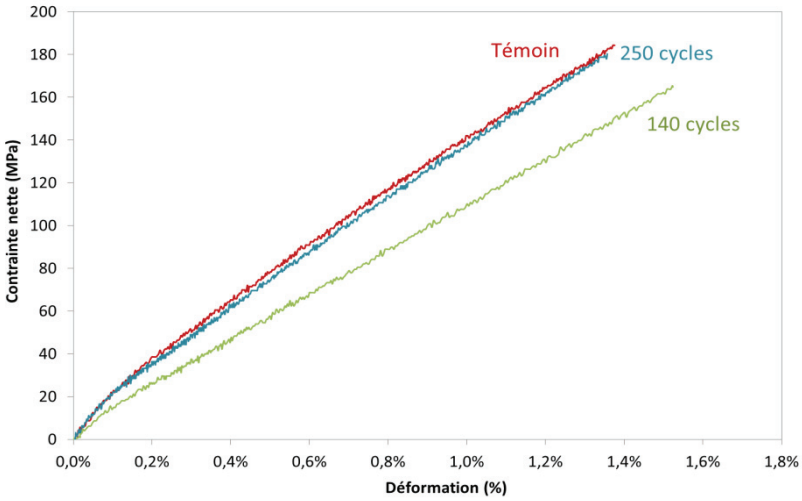
Après les 250 cycles, soit un an après la réalisation des plaques composites, les plaques composites témoins conservées à température ambiante ~20°C sont testées de la même façon. N'ayant pas subies de variation des propriétés par rapport aux plaques initiales au-delà de l'ordre de grandeur de l'écart-type, les valeurs ne sont pas intégrées au tableau ci-dessus par esprit de clarté. La présence de gel coat sur la surface exposée aux UV des composites à fibres de lin ne semblent pas améliorer significativement leurs propriétés mécaniques.

Les graphiques de la Figure 116 présentent une courbe de contrainte-déformation moyenne à 0 – 140 – 250 cycles pour les composites stratifiés au contact lin (T1) et verre, ainsi que le composite préfabriqué à fibres de lin.

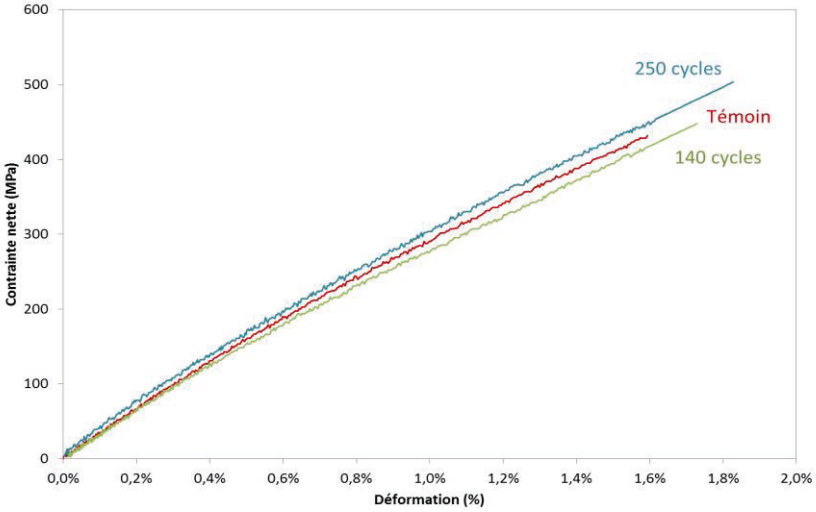
Le Tableau 56 rassemble les résultats des essais de traction.

Tableau 56 : Propriétés mécaniques (nettes) des composites soumis au vieillissement artificiel en enceinte climatique avec et sans gel coat (GC). (Courbes de traction en Annexe 3).

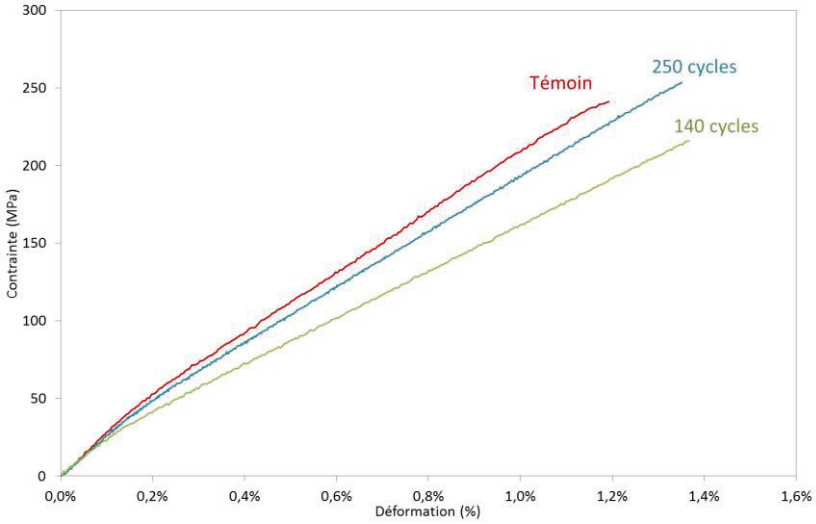
Composite	Nb cycles	Nbs pc.	ep (mm)	Effort tensile (kN/cm)	Contrainte (MPa)	Module E_1 (GPa)	Module E_2 (GPa)	Déformation à rupture (%)
Lin UD220-x3 (T1)	0	8	3.2	2.90 ± 0.23	181 ± 16	22.1 ± 0.6	15.4 ± 1.4	1.33 ± 0.06
	140	4	3.2	2.53± 0.12	172 ± 8	14.6 ± 0.5	10.8 ± 0.4	1.50 ± 0.03
	250	4	3.3	2.63± 0.19	179 ± 13	21.9 ± 0.7	14.0 ± 1.3	1.28 ± 0.05
Lin UD220-x3 (T1) avec GC	0	4	3.5	2.46± 0.19	167 ± 13	19.6 ± 0.4	15.1 ± 2.5	1.13 ± 0.08
	140	4	3.5	2.17± 0.18	172 ± 10	14.6 ± 1.4	11.0 ± 2.0	1.27 ± 0.10
	250	4	4.0	2.58± 0.01	175 ± 2	18.4 ± 1.1	12.6 ± 0.6	1.43 ± 0.19
Lin UD220-x3 (T2)	0	4	3.5	2.82 ± 0.14	192 ± 32	22.9 ± 0.4	15.4 ± 0.6	1.19 ± 0.23
	140	4	3.6	2.51± 0.14	172 ± 10	17.7 ± 1.5	12.8 ± 2.0	1.42 ± 0.20
	250	4	3.8	2.78 ± 0.20	189 ± 14	21.6 ± 1.0	14.5 ± 1.7	1.32 ± 0.09
Lin UD220-x3 (T2) avec GC	0	4	3.6	2.63 ± 0.32	160 ± 21	21.5 ± 2.2	15.7 ± 2.0	1.19 ± 0.20
	140	4	4.1	2.64 ± 0.12	179 ± 8	18.8 ± 1.1	13.8 ± 2.2	1.38 ± 0.14
	250	4	4.3	2.65± 0.23	180 ± 16	20.5 ± 0.6	14.8 ± 1.2	1.15 ± 0.13
Lin préfabriqué UD400-x4	0	8	2.2	4.99 ± 0.13	227 ± 6	28.5 ± 0.3	19.3 ± 0.4	1.21 ± 0.21
	140	4	2.4	5.20 ± 0.33	236 ± 15	22.8 ± 0.6	14.9 ± 0.9	1.50 ± 0.03
	250	4	2.4	5.36 ± 0.49	244 ± 22	27.3 ± 1.4	16.8 ± 2.0	1.24 ± 0.08
Lin préfabriqué UD400-x4 avec GC	0	4	2.4	4.82 ± 0.38	219 ± 17	26.2 ± 0.2	18.7 ± 1.2	1.02 ± 0.30
	140	4	2.4	5.46 ± 0.36	248 ± 16	25.1 ± 1.0	16.6 ± 0.9	1.44 ± 0.18
	250	4	2.5	5.22 ± 0.20	237 ± 9	27.9 ± 1.7	18.7 ± 2.2	1.20 ± 0.09
Verre 2D 300-x3	0	6	2.0	3.05 ± 0.03	450 ± 10	29.3 ± 1.3	-	1.57 ± 0.04
	140	6	2.0	3.14 ± 0.10	501 ± 17	29.3 ± 1.1	-	1.90 ± 0.15
	250	6	2.0	3.14 ± 0.09	500 ± 14	30.2 ± 0.4	-	2.14 ± 0.16



a) Composite stratifié au contact Lin UD220-x3



b) Composite stratifié au contact Verre 2D 300-x3



c) Composite préfabriqué rigide lin UD400-x4

Figure 116 : Evolution des courbes de traction moyennes (contrainte nette) au cours du vieillissement accéléré en enceinte climatique.

Une première observation est la légère augmentation de l'épaisseur des composites renforcés par fibres de lin. L'épaisseur des composites renforcés par fibres de verre ne présentent pas d'augmentation mesurable au dixième de millimètre près. Cette augmentation est donc certainement due aux gonflements de fibres de lin suite aux phases d'humidité dans l'enceinte.

- **Evolution des contraintes et des efforts tensiles normalisés**

Il est cependant difficile de comparer l'évolution des propriétés des composites introduits dans l'enceinte de par les différences initiales des propriétés. Pour cela les variations des propriétés mécaniques ont été comparées sur les valeurs normalisées, c'est-à-dire divisée par les valeurs initiales des propriétés avant début du vieillissement artificiel. L'évolution de chacune des propriétés mécaniques est représentée dans les Figure 117-Figure 118-Figure 119 suivantes avec pour chaque composite la valeur initiale, après 140 cycles et après 250 cycles de vieillissement artificiel.

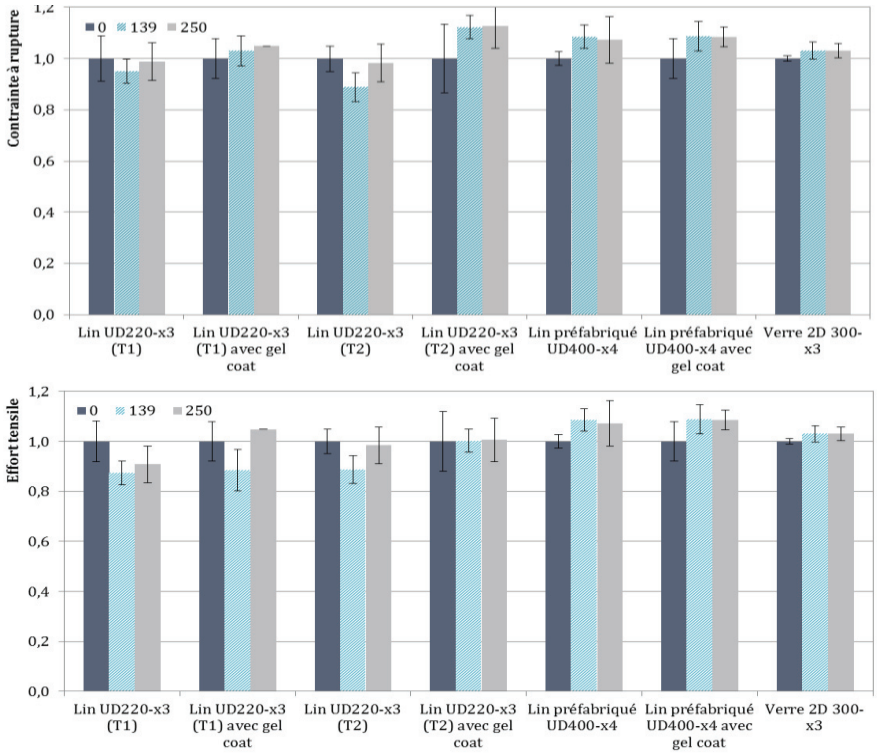


Figure 117 : Evolution de la contrainte nette et de l'effort tensile normalisés des composites avec le nombre de cycles en enceinte.

Plusieurs éléments importants ressortent de ces graphiques. Les valeurs de la contrainte et des efforts tensiles des composites renforcés par fibres de lin ne subissent pas une diminution progressive au cours des cycles de vieillissement artificiel. L'effort tensile à rupture et la contrainte suivent pour les composites renforcés par fibres de verre et pour les composites fibres de lin préfabriqués des évolutions similaires. La différence entre l'évolution de l'effort tensile et de la contrainte pour les composites à fibres de lin stratifiés au contact pourrait en conséquence s'expliquer par la variation de l'épaisseur des composites.

Les composites stratifiés au contact à fibres de verre et les composites lin préfabriqués présentent une légère augmentation de 2-10 % de la contrainte dès les premiers 140 cycles.

Entre 140 et 250 cycles la contrainte reste constante. Les composites lin stratifiés au contact par contre subissent une diminution de la contrainte de 5-10% après 140 cycles et retrouvent après 250 cycles une valeur de contrainte comparable à la valeur initiale.

- **Evolution des modules normalisés**

Pour tous les composites lin stratifiés au contact et préfabriqué par thermocompression les modules E_1 et E_2 varient de façon analogue. Après les 140 premiers cycles les modules diminuent de 10% à 30%. Après les 250 cycles les valeurs des modules remontent à 85% voire 100% des valeurs initiales. Pour les composites renforcés par fibres de verre le module reste stable après 140 et 250 cycles. Le phénomène de perte et récupération de propriétés est donc lié à la nature des fibres de lin.

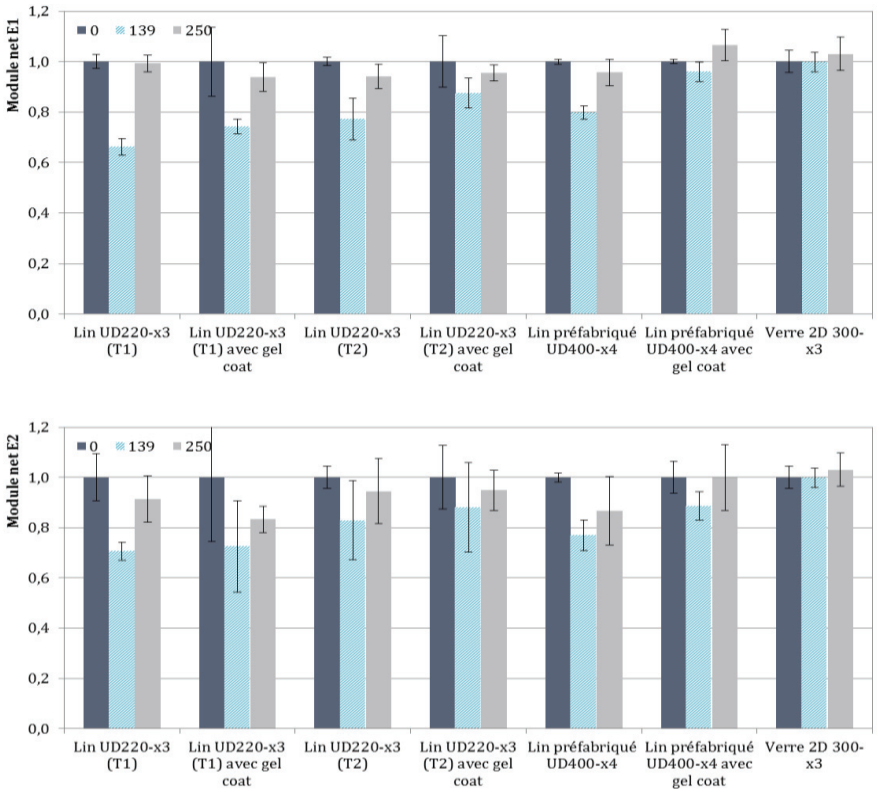


Figure 118 : Evolution des modules normalisés des composites avec le nombre de cycles en enceinte.

- **Evolution des déformations normalisées**

Les déformations à rupture des composites présentent elles des évolutions inverses aux modules. Pour les composites à fibres de lin les déformations augmentent après les 140 premiers cycles de 10% à 40 % et diminuent après les 250 cycles à des valeurs comparables aux déformations initiales. Pour les composites verre les déformations augmentent régulièrement avec le nombre de cycles de +20% après 140 cycles à +35% après 250 cycles.

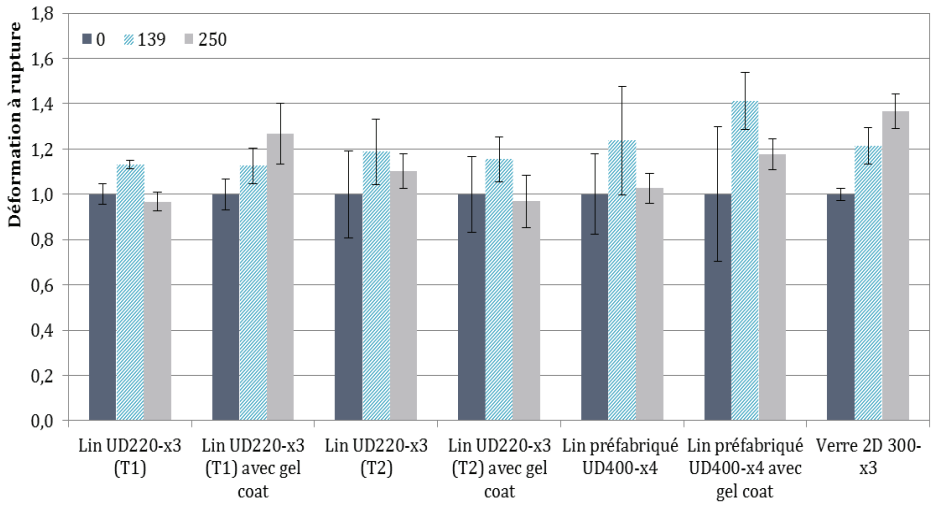


Figure 119 : Evolution de la déformation à rupture avec le nombre de cycles en enceinte.

- **Hypothèses d'explications des évolutions observées**

Ces observations ne correspondent pas à celles de Marouani et al. (2011) chez qui les composites carbone/époxy soumis à un vieillissement hygrothermique présentaient d'abord un phénomène d'augmentation de la contrainte et du module pendant quelques semaines, suivi d'une dégradation progressive des propriétés. Toutefois des phénomènes similaires de post-réticulation pourraient être mis en jeux. Comme le remarquent Scida et al. (2013) le module des composites lin semble être plus impacté que la contrainte à rupture par les phénomènes de vieillissement. De plus, selon leurs essais la diminution des propriétés des composites lin/époxy après deux mois de vieillissement hygrothermique n'était pas beaucoup plus importante à 40°C qu'à 20°C.

Il est envisageable que la réorientation des micro-fibrilles et l'hydrolyse des parties solubles comme les hémicelluloses au sein des fibres conduisent à une stabilisation relative des propriétés des fibres de lin après une perte initiale des propriétés mécaniques et de l'augmentation de la déformation à rupture. En parallèle la matrice polymère peut subir une post-réticulation lente lors des phases de température élevée (55-60°C > Tg) du cycle de vieillissement. L'amélioration des propriétés de la matrice se traduit par une légère augmentation du module et de la contrainte des composites de verre après 250 cycles.

Les interfaces fibres de lin/matrice sont elles aussi directement impactées par les cycles chaud/froid du cycle de vieillissement par gonflement et gel interne répétés et continuent de se dégrader ce qui se traduit par une diminution de la déformation à rupture des composites. Les fibres de verre étant beaucoup moins sensibles au gonflement que les fibres de lin ne présentent pas de réduction de la déformation à rupture.

3.2.3 Influence du vieillissement climatique artificiel sur la structure interne des composites

Des observations par tomographies ont été menées afin de visualiser l'impact du vieillissement artificiel sur la structure interne des composites. La Figure 120 rassemble des coupes des différents composites après 250 cycles de vieillissement artificiel.

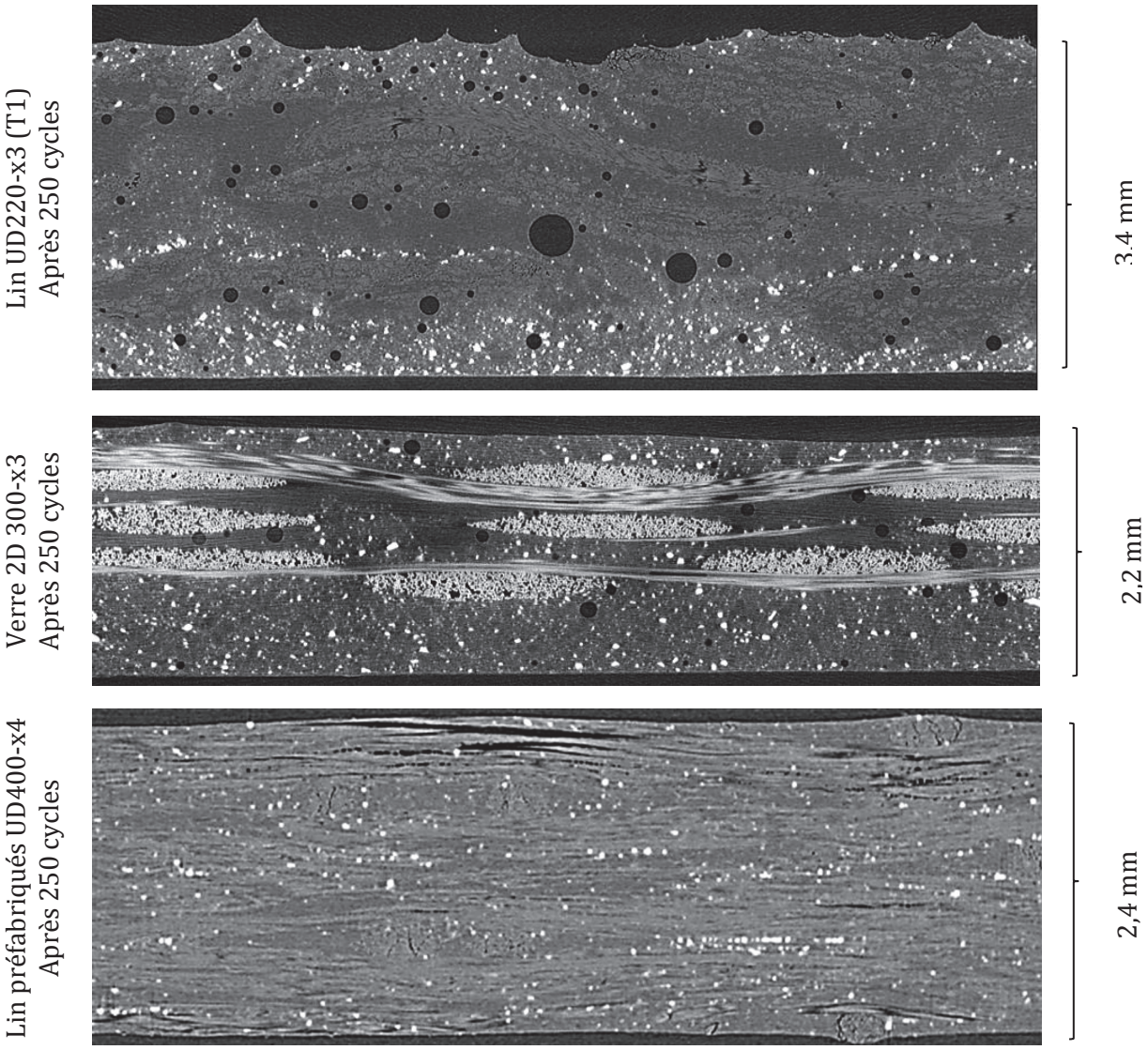


Figure 120 : Observations par Tomographie à rayon X des composites UD220-x3 (T1), Verre 2D 300-x3, Préfabriqués Lin UD400-x4 après 250 cycles de de vieillissement artificiel.

Le composite à fibres de verre ne présente pas de fissuration importante, ni dans la matrice, ni à l'interface entre les fibres et la matrice. Une porosité de ~ 3 % est mesurée, identique à celle avant vieillissement.

Pour le composite Lin UD220-x3 (T1) stratifié au contact, des zones de fissuration conduisant à des cavités sont visibles au sein des faisceaux de fibres de lin. De plus les zones de surface où les fibres affleurent et sont donc plus directement exposées à l'humidité montrent des craquelures. La résine elle-même ne semble pas subir de changements visibles en surface contrairement au

vieillissement naturel. Une porosité de ~ 2.25% est déterminée par exploitation des images, soit une augmentation de +25%.

Pour le composite préfabriqué Lin UD400-x4 les faisceaux de fibres proches de la surface présentent des cavités entre les fibres beaucoup plus marquées qu'avant vieillissement, traduisant une décohésion fibres/matrice. Ce phénomène est plus particulièrement marqué du côté du composite exposé à la pluie. Au sein du composite des fissurations sont visibles dans les faisceaux de fibres. Une porosité de ~2.5% est déterminée par exploitation des images, égale à la porosité initiale.

Les composites renforcés par fibres de lin semblent plus impactés par le vieillissement que le composite à fibres de verre. Pour les composites stratifiés au contact, la résine ne subit de changements visibles ni en surface ni en interne. Les dégradations semblent être limitées aux zones riches en fibres de lin. Les fissurations internes des faisceaux de fibres de lin suite aux gonflements répétés des fibres et les zones de décohésion fibres/matrice confirment les dégradations observées sur les propriétés mécaniques en traction.

3.2.4 Influence du vieillissement climatique artificiel sur l'interface composite-béton

Pour des raisons de place dans la chambre climatique et de durée des essais, pour les essais de vieillissement en enceinte climatique l'interface composite/béton a été caractérisée par test d'arrachage pull-out.

Des dallettes de béton de dimensions 30 cm x 30 cm x 4 cm ont été réalisées comme décrit précédemment en Partie I 1.2.3. Le béton est de type B30 avec une résistance en compression moyenne de 30 MPa. Il est préparé suivant la norme NF EN 18-422, et laissé durcir pendant au moins 28 jours. Avant l'application du composite, la surface du béton est traitée par ponçage mécanique avec un disque abrasif.

5 dallettes ont été introduites dans la chambre climatique pendant 250 cycles :

Tableau 57 : Récapitulatif dont l'adhérence avec le support béton a été testées en traction directe.

	Composite stratifié contact Lin UD220-x3 (T1)	Composite stratifié contact Lin UD220-3 (T2) (ou TFC+)	Composite stratifié contact Verre 300-x3	Composite préfabriqué Lin UD400-x4
Sans gel coat	1 dalette	-	1 dalette	1 dalette
Avec gel coat	1 dalette	-	1 dalette	-

Les dallettes sont ensuite sorties de la chambre et laissées en conditions ambiantes à 20°C pendant une semaine. Au bout des 250 cycles de vieillissement artificiel, les composites en surface des dallettes béton ont subi un changement d'apparence identique aux plaques de composite seules. Les dallettes sont ensuite pastillées par carottage avec une scie à diamant à refroidissement à eau et mises à sécher à nouveau pendant une semaine. Les zones pastillées

sont munies de pastilles métalliques collées avec la colle Etancol 392 et laissées à durcir pendant 24h. Chaque dallette a été testée par au moins 6 tests d'arrachage.

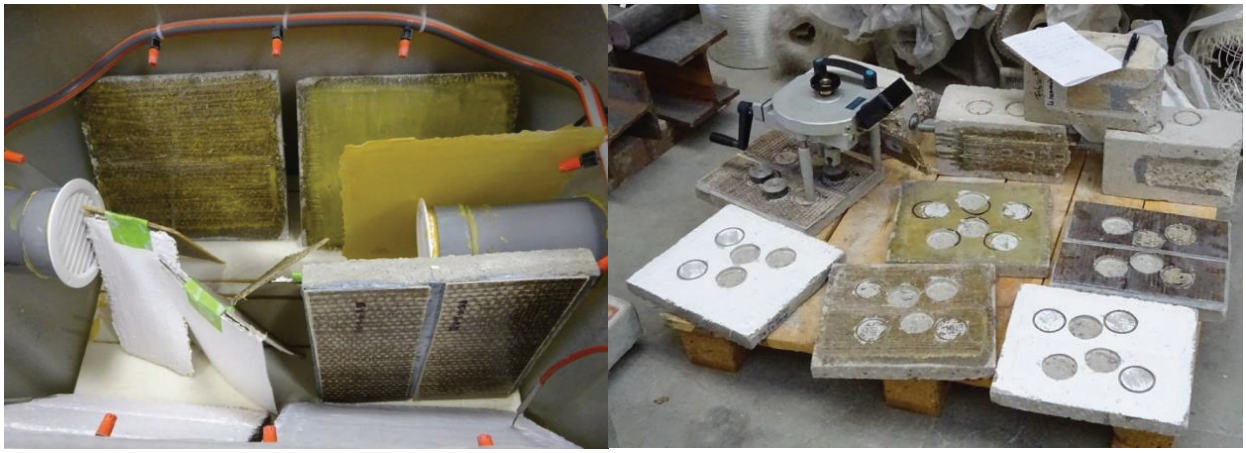


Figure 121 : A gauche, mise en place des dallettes dans la chambre d'essai. A droite, caractérisation de l'adhérence par essai d'arrachage pull-out.

Le béton présente avant vieillissement dans l'enceinte une force en traction de surface de 2.52 ±0.2 MPa. Les résultats des essais d'arrachage pull-out sont résumés dans le Tableau 58. La rupture à l'arrachage a lieu dans le support béton pour tous les composites. La force en traction de surface du béton reste inchangée au cours de l'essai de vieillissement. Si l'interface composite/béton s'est dégradée au cours du vieillissement artificiel, il est donc toujours suffisamment cohésif pour assurer le transfert de charge du béton au renforcement composite. Le béton présente avant vieillissement dans l'enceinte une force en traction de surface de 2.52 ±0.2 MPa. Les résultats des essais d'arrachage pull-out sont résumés dans le Tableau 58. La rupture à l'arrachage a lieu dans le support béton pour tous les composites. La force en traction de surface du béton reste apparemment inchangée au cours de l'essai de vieillissement.

Tableau 58 : Résultat de la caractérisation de l'interface composite/béton après 250 cycles en enceinte par arrachage pull-out.

Composite	Contrainte de traction de surface (MPa)	Mode de rupture
Lin UD220-x3	2.55 ±0.12	dans le support béton
Lin UD220-x3 (avec gel coat)	2.59 ±0.15	dans le support béton
Verre 2D 300-x3	2.72 ±0.07	dans le support béton
Verre 2D 300-x3 (avec gel coat)	2.65 ±0.20	dans le support béton
Lin préfabriqués UD400-x4	2.52 ±0.06	dans le support béton

Après 250 cycles en enceinte climatique, si l'interface composite/béton s'est dégradée au cours du vieillissement artificiel, elle est toujours suffisamment cohésive pour assurer le transfert de charge du béton au renforcement composite en traction de surface. Cette constatation confirme la résistance des résines employées et des interfaces aux répétitions rapides de chaud humide-froid-chaud sec-pluie sensées particulièrement agressives pour reproduire un vieillissement naturel accéléré.

3.3 Comparaison des vieillissements climatiques naturel et accéléré en enceinte

Le composite lin stratifié au contact a été exposé à l'environnement extérieur pendant un an. En parallèle des essais de vieillissement climatique artificiel accéléré ont été menés avec différents composites dans une enceinte. Théoriquement le vieillissement accéléré permet de reproduire une dégradation climatique équivalente à 10 ans en extérieur.

3.3.1 Comparaison des propriétés mécaniques résiduelles après les différents vieillissements climatiques

La comparaison des vieillissements extérieur et en enceinte est censée permettre de valider l'équivalence exposition extérieure/nombre de cycles en enceinte. Pour le composite à fibres de lin stratifié au contact, les propriétés résiduelles déterminées après 12 mois d'exposition en extérieur sont comparables à celles déterminées après 140 cycles de vieillissement artificiel dans l'enceinte climatique. Toutefois après 250 cycles tous les composites montrent un regain de propriétés inattendu.

Après une exposition de 12 mois à un vieillissement nature, l'effort tensile du composite lin stratifié au contact subit une perte de -15%, la contrainte de -10%, et le module E_1 de -35% et le module E_2 de -25%. La porosité interne du matériau a augmenté de 25%. Les propriétés en traction du matériau ne sont clairement pas stabilisées et une durée d'exposition beaucoup plus longue serait nécessaire afin de pouvoir envisager de définir une loi d'évolution du comportement représentative et fiable. Après une exposition de 12 mois en extérieur l'interface composite/béton est encore suffisamment performante pour assurer le transfert de charge du support vers le composite. Toutefois l'interface subit une perte de rigidité qui conduit à des déformations de cisaillement plus élevées à rupture et à une zone d'élasticité plus marquée.

Pour les composites lin stratifiés au contact après 140 cycles les propriétés mécaniques chutent de 10-25%. Toutefois après 250 cycles de vieillissement les propriétés de contrainte et modules sont comparables aux valeurs initiales après une phase de diminution des valeurs. La présence de gel-coat sur les faces exposées à la pluie et aux UV ne semble pas améliorer les propriétés des composites. Les propriétés des composites à fibres de verre sont peu impactées par le vieillissement artificiel par rapport aux composites à fibres de lin. Leur contrainte et le module restent inchangés dans la marge de l'écart-type.

De plus l'apparence extérieure blanchâtre et poreuse des composites après 12 mois de vieillissement naturel ne se retrouve pas chez les composites vieillis artificiellement. Il est envisageable qu'elle soit la conséquence de facteurs non reproduits dans l'enceinte comme la pollution de l'air, les attaques biologiques et/ou l'acidité des pluies.

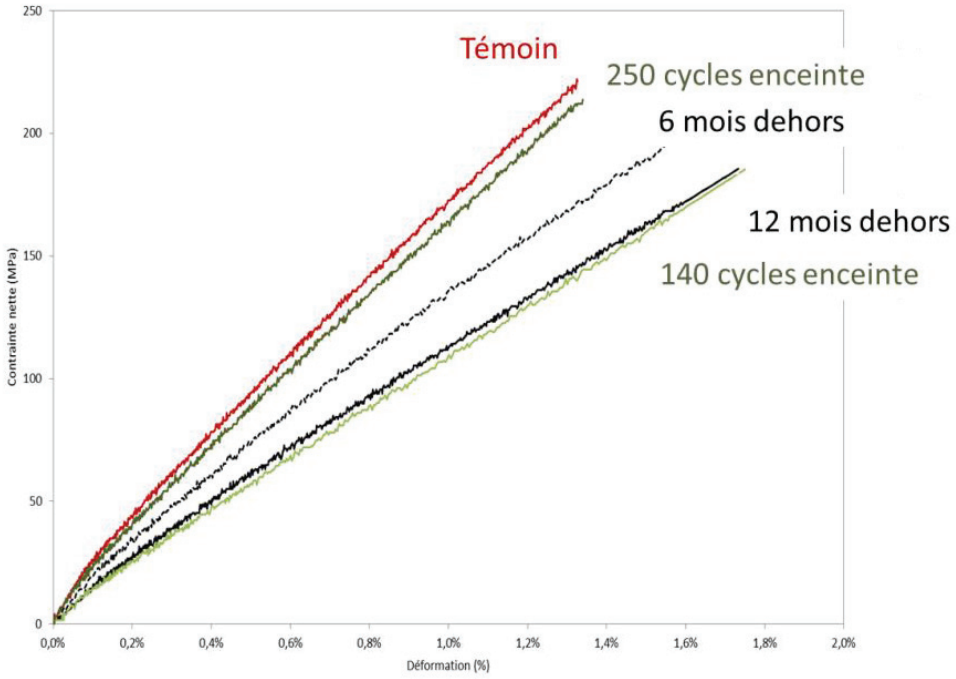


Figure 122 : Comparaison des courbes de traction (contrainte nette) du composite lin stratifié au contact après les vieillissements climatiques naturel et accéléré en enceinte.

Comme mentionné précédemment parmi les hypothèses pouvant expliquer un regain de propriétés lors du vieillissement accéléré, il est envisageable que la réorientation des micro-fibrilles et l'hydrolyse des parties solubles comme les hémicelluloses au sein des fibres conduisent à une stabilisation relative des propriétés des fibres de lin après une perte initiale des propriétés mécaniques et de l'augmentation de la déformation à rupture. En parallèle la matrice polymère peut subir une post-réticulation lente lors des phases de températures supérieures à la Tg (55-60°C > Tg) du cycle de vieillissement. L'amélioration des propriétés de la matrice se traduit par une légère augmentation du module et de la contrainte des composites de verre après 250 cycles.

3.3.2 Evolution des transitions vitreuses des composites lors des vieillissements climatiques

Selon les hypothèses la matrice aurait pu subir une post-réticulation lors du vieillissement accéléré en enceinte entre les 140 et 250 cycles ce qui pourrait expliquer une amélioration des propriétés mécaniques. Une post-réticulation de la matrice polymère se traduirait par une augmentation de la température de transition vitreuse.

Les températures de transition vitreuse des composites ont été déterminées, comme définie en Partie II 2.2.3 à l'aide du KINETECH par analyse dynamique, avec une à trois éprouvettes pour chaque composite testé. Les températures de transition vitreuse moyennes pour les différents composites sont rassemblées dans le Tableau 59.

Tableau 59 : Valeurs des températures de transition vitreuse Tg mesurées pour les différents composites ayant subi les vieillissements climatiques.

Vieillissement subi par le composite.	Composite stratifié contact Lin UD220-x3 (T1)	Composite stratifié contact Verre 300-x3	Composite préfabriqué Lin UD400-x4
Avant vieillissement	52°C ±2°C	50°C ±3°C	94°C ±2°C
6 mois - extérieur	48°C ±3°C	-	-
12 mois - extérieur	47°C ±2°C	-	-
140 cycles - enceinte	47°C ±3°C	52 °C ±1°C	-
250 cycles - enceinte	45°C ±1°C	44°C ±2°C	92°C ±3°C

Sur la Figure 123 sont superposées une courbe moyenne de la réponse en torsion dynamique en fonction de la température du composite lin stratifié au contact après 0, 6 et 12 mois de vieillissement en extérieur. La température de transition vitreuse diminue progressivement avec le temps passant de 52 °C à 47°C après 12 mois d'exposition. Il est probable que la diminution de la Tg soit associée à une plastification par diffusion progressive de l'eau dans la matrice.

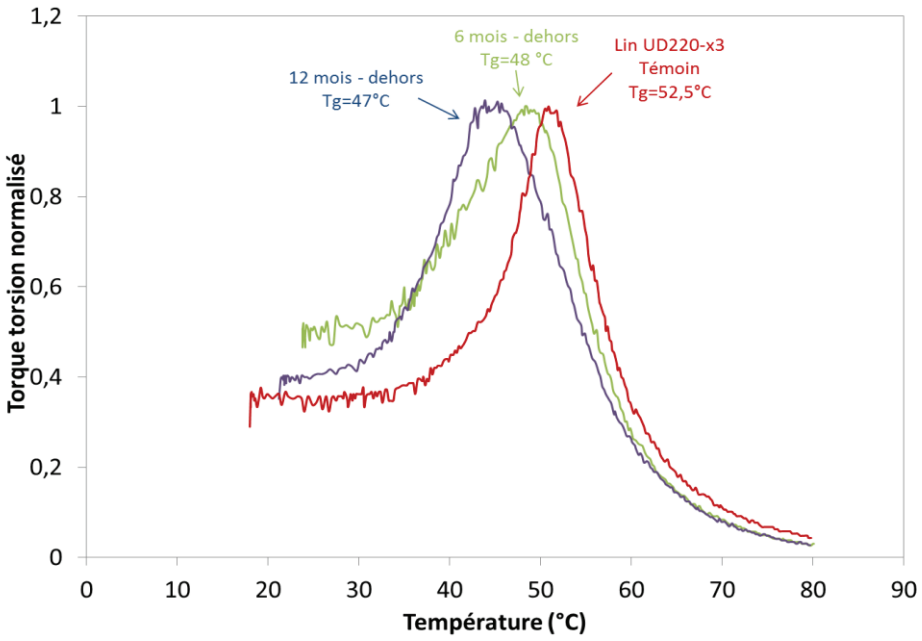
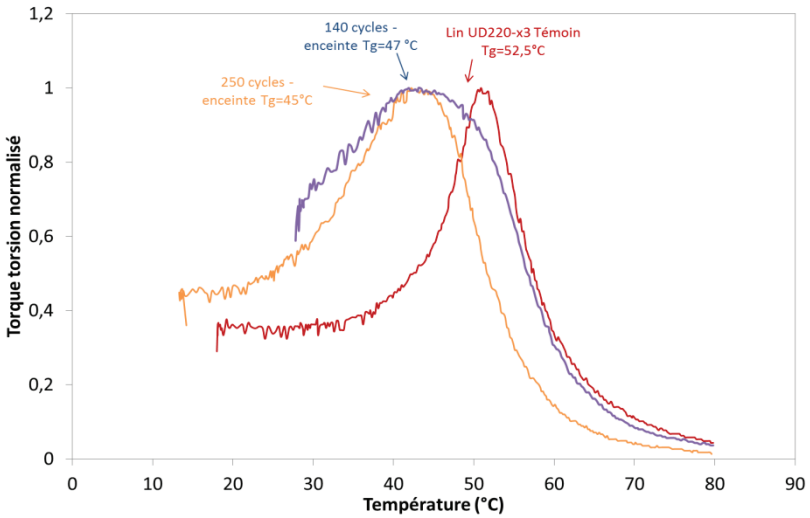
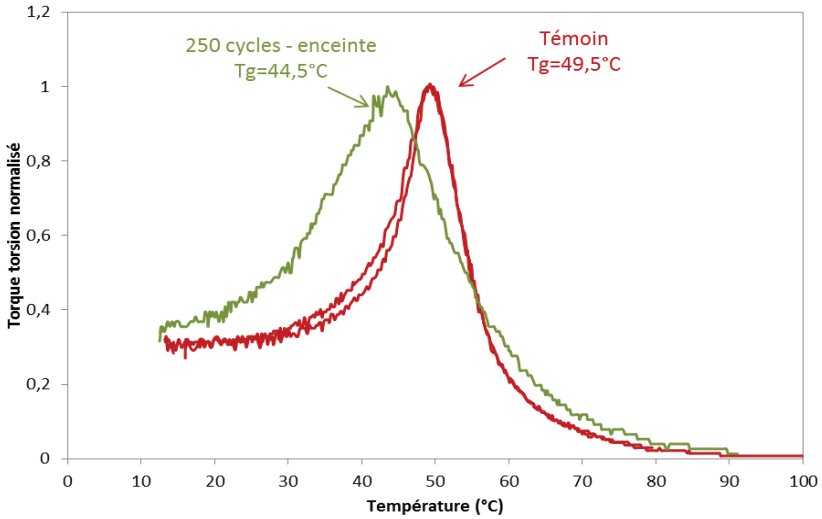


Figure 123 : Evolution des températures de transition vitreuses du composite lin stratifié au contact au cours du vieillissement climatique en extérieur.

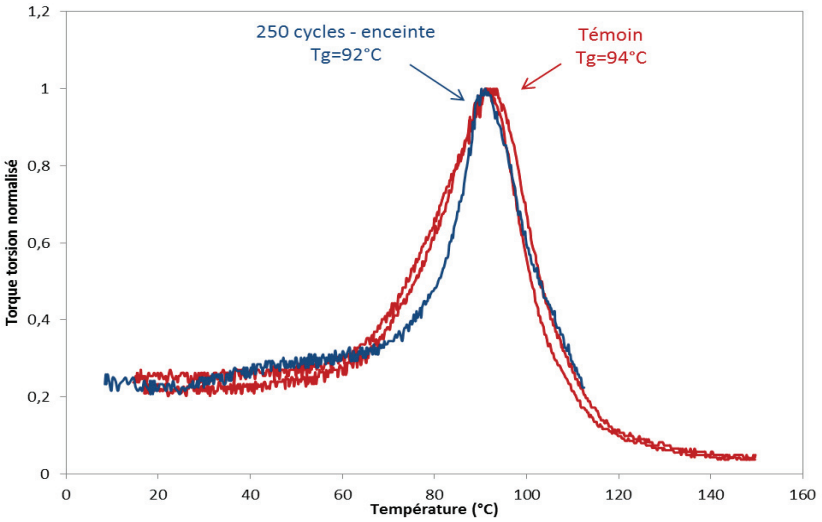
Sur la Figure 124 sont superposées pour les composites stratifiés au contact lin (T1) et verre, et pour le composite lin préfabriqué, les réponses en torsion dynamique en fonction de la température après 0, 140 et 250 cycles de vieillissement accéléré. Pour le composite préfabriqué les pics des composites non vieillis et après 250 cycles de vieillissement sont confondus. Par contre pour les composites stratifiés au contact la température de transition vitreuse initialement égale à ~51 °C subit une diminution de ~5°C après l'exposition aux 250 cycles.



a) Composite stratifié au contact Lin UD220-x3



b) Composite stratifié au contact Verre 2D 300-x3



c) Composite préfabriqué rigide lin UD400-x4

Figure 124 : Evolution des températures de transition vitreuses de composites au cours du vieillissement climatique accéléré en enceinte climatique.

Cette diminution est certainement le résultat de la plastification de la matrice. Les Tg des composites après 140 et 250 cycles sont comparables. Plusieurs hypothèses sont envisageables parmi lesquelles :

- Soit la plastification est comparable après 140 et après 250 cycles. La matrice ne subit pas de post-réticulation notable. Les Tg des composites après 140 et 250 cycles sont ainsi comparables. L'explication de l'augmentation des propriétés mécaniques du composite est à chercher ailleurs.

- Soit la matrice subit une plastification progressive par diffusion de l'eau conduisant à une diminution de la Tg. Or d'après Verdu (2002), la plastification facilite le phénomène de post-réticulation en augmentant la probabilité de « rencontre » de certains sites réactifs. En parallèle la matrice polymère peut subir une post-réticulation lente lors des phases de température élevée (55-60°C > Tg) du cycle de vieillissement. Les Tg des composites après 140 et 250 cycles sont ainsi comparables, mais la post-réticulation de la matrice se traduit par une légère augmentation du module et de la contrainte des composites de verre après 250 cycles.

Lors de sa thèse sur le vieillissement hygrothermique d'un composite résine époxyde silice, E. Brun (2009) a conduit des analyses mécaniques dynamiques sur des échantillons conditionnés à 80°C et 80%HR pendant 5 jours, puis sur d'autres plaques ayant subies le même conditionnement puis 24 heures dans une étuve à 80°C sous un vide afin d'éliminer l'eau absorbée. Durant les 5 premiers jours de conditionnement, le pic de transition associé à la température de transition vitreuse se décale vers les basses températures. Cet effet est dû à la plastification. Après 24 heures sous vide la température de transition est supérieure à celle de référence. Cette évolution montre que durant les premiers jours de conditionnement, la résine post-réticule sous l'effet de la température et/ou de l'oxygène, résultats observés avec les analyses thermogravimétriques.

Dans notre étude, les éprouvettes sont conservées en conditions ambiantes à ~20°C et 50%HR pendant plusieurs semaines avant d'être testées au KINETECH. Toutefois sans étapes de dessiccation il est possible que l'eau liée soit toujours présente au sein du composite. Afin de vérifier les hypothèses de nouvelles éprouvettes composites pourraient être réalisées et subir une phase de dessiccation avant d'être testées au KINETECH.

3.4 Conclusion des essais de vieillissements climatiques

L'agressivité avérée des répétitions rapides de chaud humide-froid-chaud sec-pluie des cycles de vieillissement accéléré souligne la résistance des composites aux facteurs sélectionnés. Toutefois la corrélation de temps proposée par Serres (1980) ne peut incontestablement n'être considérée qu'à titre indicatif. Le vieillissement en extérieur conduit après 12 mois à des dégradations de propriétés plus marquées que celles après 250 cycles dans l'enceinte climatique. Il se pourrait que le vieillissement naturel mène également à une amélioration des propriétés mécaniques

après une certaine durée d'exposition. Cependant les périodes de post-réticulation potentielles (>55°C) sont limitées dans un environnement extérieur normal.

Une campagne d'essais avec plus de tests intermédiaires par exemple 0-25-50-75-100-… cycles pourrait permettre de mettre en évidence si les composites suivent une évolution des propriétés progressive et prédictible, et si les cycles dans l'enceinte climatique peuvent être corrélés avec un vieillissement naturel.

Le but de cette partie sur la durabilité est de vérifier si la dégradation des propriétés mécaniques dans un environnement de service usuel ne remet pas en question l'utilisation du lin comme fibres de renfort et de déterminer quelles pourraient être les propriétés résiduelles ultimes du matériau à prendre en compte lors du dimensionnement. Les essais de vieillissement climatique ne permettent pas pour le moment à l'échelle de temps imparti de répondre clairement à cette problématique. Dans cette optique le choix a été fait de placer les composites dans un environnement particulièrement agressif afin de déterminer les propriétés résiduelles limites.

4. Détermination des propriétés résiduelles limites du composite de renfort lin

L'étude bibliographique sur les essais de durabilité souligne le fait que l'humidité, ou l'eau, est l'un des facteurs de vieillissement affectant le plus les propriétés mécaniques des composites à matrice polymère, et les fibres naturelles. De plus une augmentation de la température permet d'accélérer certains mécanismes du vieillissement comme la relaxation structurale ou la diffusion des solvants. Au-delà de la température de transition vitreuse de la matrice, le vieillissement des composites s'accélère drastiquement et conduit à des pertes de propriétés encore plus marquées.

Le choix a été fait de soumettre les composites à fibres de lin et à fibres de verre stratifiés au contact à un vieillissement hygrothermique à une température au-delà de la Tg. La détermination des propriétés mécaniques résiduelles devrait permettre de mettre en évidence si la dégradation du composite à fibres de lin est trop importante pour l'envisager comme composite de renfort. De plus la comparaison de l'évolution des composites à fibres de verre et fibres de lin permet de dissocier l'impact de la nature des fibres sur la dégradation des propriétés mécaniques.

4.1 Vieillissement hygrothermique

4.1.1 Mise en place du vieillissement hygrothermique

Les éprouvettes sont vieillies selon la norme EN 14891 § A 6.5 dans l'eau à 70°C pendant 14 jours. La norme européenne s'applique à tous les produits d'imperméabilisation à base de mortiers de ciment modifiés par des polymères, de résine réactive et de résine en dispersion appliqués en phase liquide. Ce vieillissement est retenu pour tester la durabilité des revêtements composites anti-fissuration utilisés en génie civil.

Figure 125 : Mise en place des éprouvettes de cisaillement dans la cuve à eau à 70°C.

Le vieillissement hygrothermique a été effectué dans une cuve de 1 m x 1 m x 1,5 m. Une résistance en fond de cuve permet de réguler la température à 70°C. Les éprouvettes sont posées sur une grille métallique à 10 cm du fond de cuve.

4.1.2 Influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés des composites

Dans la cuve sont introduits les plaques suivantes :

Tableau 60 : Récapitulatif des composites soumis au vieillissement hygrothermique à 70°C.

	Composite stratifié contact Lin UD220-x3 (T1)	Composite stratifié contact Verre 300-x3
Sans gel coat	2 plaques (11cm x 28 cm)	2 plaques (15 cm x 28 cm)

Une plaque de chaque composite est sortie au bout de 2 semaines, l'autre moitié au bout de 4 semaines. Avant la caractérisation mécanique les éprouvettes sont laissées en conditions ambiantes à ~20°C pendant une semaine.

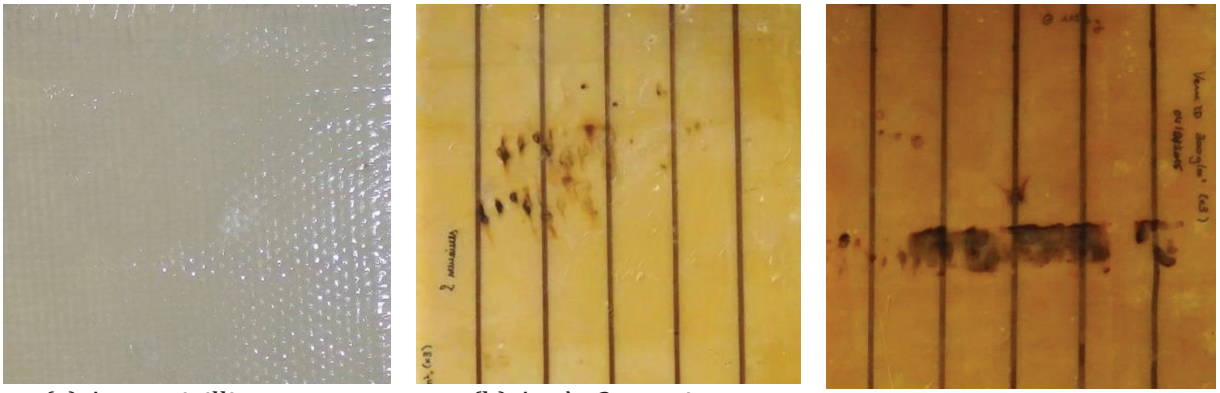
- **Evolution de l'apparence extérieure des composites au vieillissement hygrothermique**

Au cours de l'essai de vieillissement hygrothermique les plaques composites Lin UD220-x3 et Verre 2D300-x3 prennent progressivement une teinte jaune de plus en plus orangée. Contrairement aux vieillissements naturel et artificiel en enceinte, la matrice ne semble pas se rétracter en surface des fibres de lin et ne laisse les fibres apparentes en aucune zone.

L'évolution de la couleur de la matrice est plus visible sur les photos prises avec le composite à fibres de verre de par la neutralité de la couleur des fibres, mais la couleur réelle de la matrice est similaire pour les deux composites.

(a) Avant vieillissement (b) Après 2 semaines (c) Après 4 semaines.

Figure 126 : Evolution de l'apparence des composites Lin UD220-x3 au vieillissement hygrothermique à 70°C.



(a) Avant vieillissement (b) Après 2 semaines (c) Après 4 semaines.

Figure 127 : Evolution de l'apparence des composites Verre 300-x3 au vieillissement hygrothermique à 70°C.

- **Evolution des propriétés mécaniques des composites au cours du vieillissement hygrothermique**

L'influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques des composites lin/époxy a été caractérisée par tests de traction jusqu'à rupture des composites. Le Tableau 61 rassemble les résultats des essais de traction.

Tableau 61: Propriétés mécaniques (nettes) des composites Lin UD220-x3 soumis au vieillissement hygrothermique à 70°C. (Courbes de traction en Annexe 4).

Composite	Durée (semaine)	Nb spc	Ep (mm)	Effort tensile (kN/cm)	Contrainte nette (MPa)	Module net E1 (GPa)	Module net E2 (GPa)	ε_u (%)
Lin UD220-x3	0	4	3,10	2,55± 0,18	174± 12	19,3± 1,4	14,2±0,9	1,26±0,10
	2	4	3,15	2,17± 0,38	148± 26	9,1± 1,4	7,8±0,6	1,65±0,18
	4	4	3,23	2,28± 0,48	155± 33	10,5± 1,7	8,4±1,4	1,83±0,17
Verre 2D 300-x3	0	5	1.95	3.55 ± 0.26	472 ± 35	30.9 ± 4.1	-	1.89 ± 0.11
	2	5	2.05	2.22 ± 0.28	296 ± 38	28.3 ± 4.8	-	1.41 ± 0.30
	4	5	2.05	2.25 ± 0.41	301 ± 54	24.2 ± 3.6	-	1.51 ± 0.30

Le suivi de l'évolution des courbes de contrainte-déformation des composites à fibres de lin et de verre offre un bilan très visuel des résultats. La pente des courbes diminue nettement après 2 et 4 semaines en eau à 70°C. Les courbes de traction à 2 et 4 semaines paraissent presque confondues à cela près que la déformation moyenne à 4 semaines est légèrement plus élevée à la fois pour les composites à fibres de lin à fibres de verre. La déformation des composites à fibres de lin augmente tandis que la déformation des composites à fibres de verre diminue.

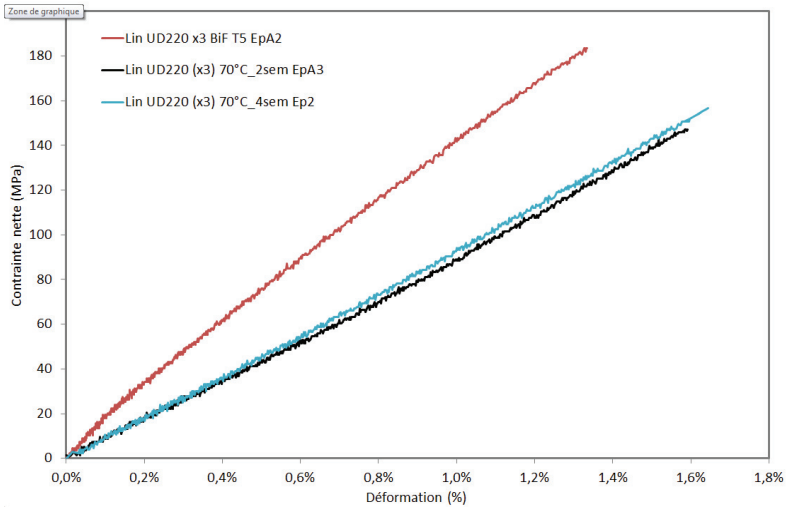


Figure 128 : Evolution des courbes de contrainte nette-déformation des composites Lin UD220-x3 au cours du vieillissement hygrothermique à 70°C.

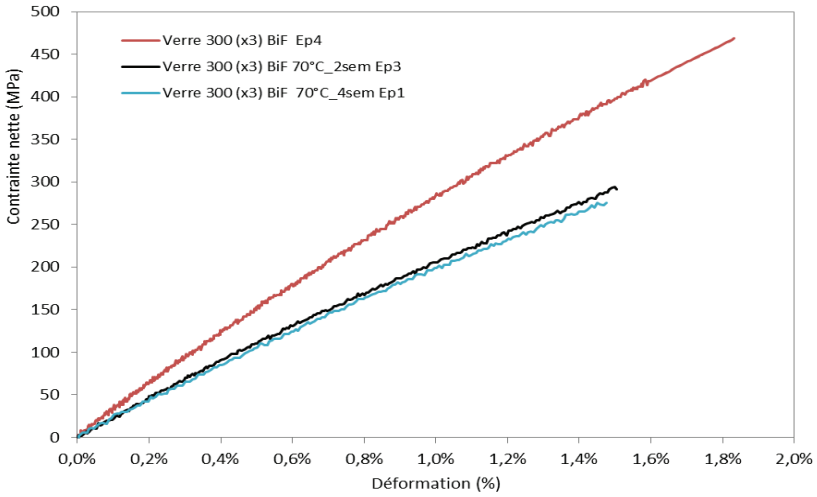
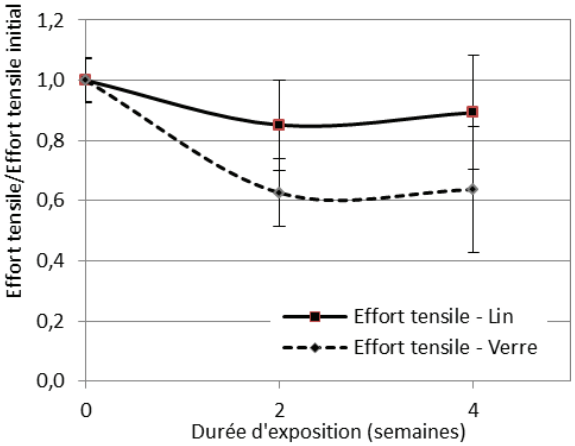


Figure 129 : Evolution des courbes de contrainte nette-déformation des composites Verre V300-x3 au cours du vieillissement hygrothermique à 70°C.

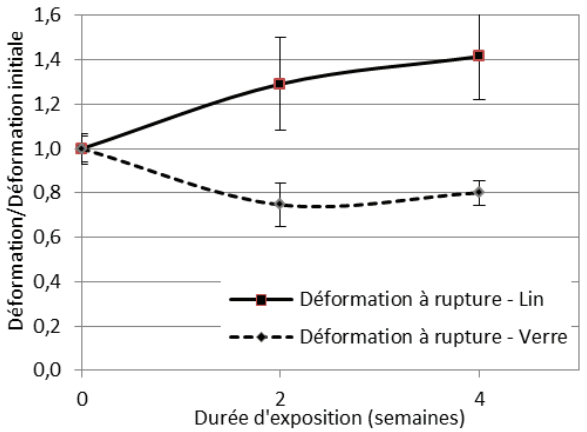
De plus l'allure des courbes du composite à fibres de lin varie après 2 semaines en eau à 70°C de manière identique aux descriptions de Scida et al. (2013). Le comportement initial des composites présente une partie initiale linéaire élastique, suivie d'un adoucissement et ensuite d'un partie finale linaire. Pour les composites vieillis par contre après une partie linéaire initiale élastique, la deuxième partie se décompose en deux portions linéaires : une étape de baisse de la rigidité, suivie par une augmentation modérée de la pente de la courbe jusqu'à la rupture. Cette évolution de comportement des composites s'expliquerait par une réorientation collective des micro-fibrilles de lin stimulées par l'absorption d'humidité de telle sorte que le comportement global du composite ait un comportement similaire à celui des fibres de lin seules comme décrit par Baley (2002).

L'évolution des propriétés mécaniques des composites au cours du vieillissement hygrothermique a été comparée aux valeurs normalisées, c'est-à-dire divisée par la valeur initiale des propriétés avant début du vieillissement artificiel (Figure 3.28).

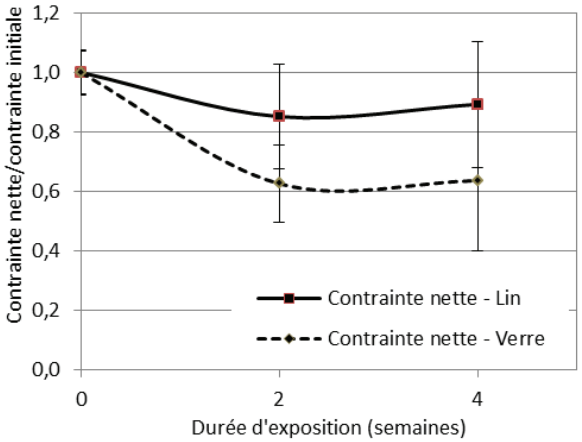
Similairement aux résultats de Scida et al. (2013) les modules des composites lin ont significativement diminués d'environ -50% tandis que la traction à rupture n'a subi qu'une réduction beaucoup moins marquée de -15%. Après 2 et après 4 semaines d'exposition au vieillissement hygrothermique les propriétés mécaniques semblent relativement inchangées. Pour les composites à fibres de verre le module chute progressivement de 10% après chaque 2 semaines, tandis que la contrainte et l'effort tensile chutent de 40% après 2 semaines et se stabilise.



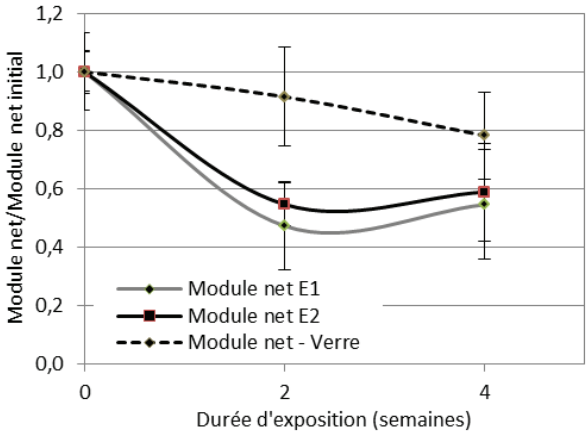
(a) Evolution de l'effort tensile lors du vieillissement hygrothermique à 70°C.



(b) Evolution de la déformation à rupture lors du vieillissement hygrothermique à 70°C.



(c) Evolution des contraintes nettes lors du vieillissement hygrothermique à 70°C.



(d) Evolution des modules nets lors du vieillissement hygrothermique à 70°C.

Figure 130 : Evolution des propriétés mécaniques du composite Lin UD220-x3 au cours du vieillissement hygrothermique à 70°C.

Pour les composites à fibres de verre, la chute des propriétés résiduelles est en accord avec les essais menés par différents auteurs tels que Bank et al. (1995) et Karbhari et al. (2006) qui ont rapporté une chute de la contrainte à rupture de -60% à 60°C et -70% à 80°C après 1,5 an de vieillissement hygrothermique.

- **Evolution de la déformation à rupture**

L' évolution de la déformation à rupture semble être un élément important. Pour les composites à fibres de lin, la déformation à rupture augmente progressivement avec le nombre de semaines

d'exposition, tandis que pour les composites à fibres de verre la déformation à rupture chute après 2 semaines de 20%. L'augmentation de la déformation à rupture explique le fait que les composites lin présentent une meilleure rétention de la contrainte résiduelle que les composites verre, alors qu'après 4 semaines leur module résiduel est diminué de 20% plus que celui des composites verre. Cette observation partagée par Scida et al. (2013) est un élément intéressant pour des applications demandant une bonne durabilité du matériau.

4.1.3 Influence du vieillissement hygrothermique sur la structure interne du composite lin

Des observations au tomographe à rayon X ont été menées afin de visualiser l'impact du vieillissement hygrothermique sur la structure interne du composite. Une coupe transversale du composite Lin UD220-x3 après 4 semaines dans l'eau à 70°C est présentée en Figure 131.

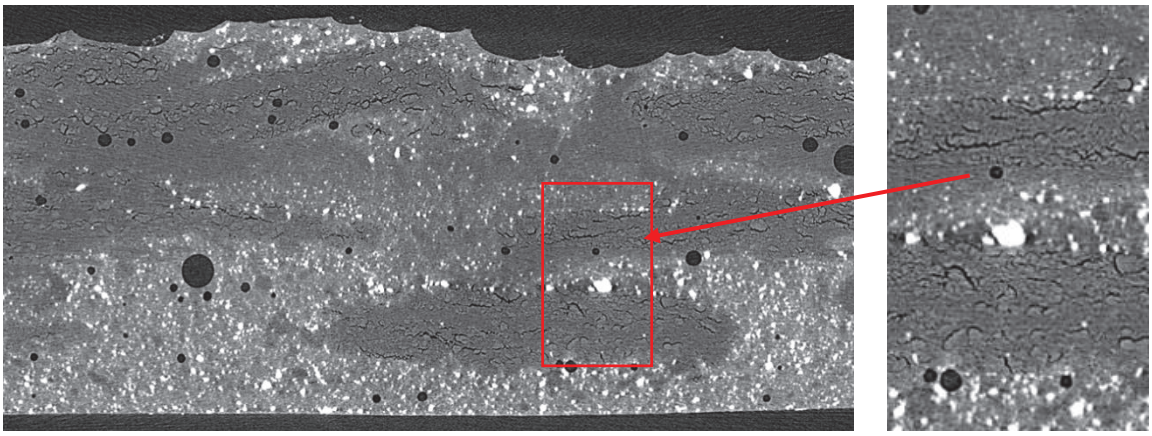


Figure 131 : Coupe transversale observée par Tomographie à rayon X du composite Lin UD220-x3 après 4 semaines de vieillissement hygrothermique à 70°C.

La résine en surface du composite a une apparence lisse et régulière contrairement aux observations après exposition au vieillissement naturel. De nombreuses fissurations sont visibles au sein des faisceaux de fibres de lin. Ces fissurations se trouvent majoritairement dans le plan de la plaque composite et aux interfaces entre les faisceaux fibres de lin et la matrice Eponal 342. Au sein de la matrice, la porosité semble inchangée, il n'y a pas de fissurations visibles ni en surface ni à l'interface entre les deux résines. Le vieillissement hygrothermique conduit à une augmentation de la porosité, calculée à ~4.5% par exploitation des images, soit une augmentation de +225% par rapport au composite non vieilli.

Les fissurations correspondent aux dégradations attendues suite au gonflement important des fibres de lin lors de l'immersion en eau puis à leur rétractation lors du séchage. Elles traduisent directement les phénomènes de dégradation de l'interface fibre/matrice décrits par Azwa et al. (2013) lors de l'exposition des composites naturels à un environnement humide. La dégradation de l'interface semble être bien plus conséquente lors de l'immersion en eau que lors des cycles de vieillissement artificiel, où les composites ne sont soumis qu'à de la pluie et de l'humidité ambiante. Cette constatation appuie les résultats de l'évolution des propriétés mécaniques qui

subit elle aussi une dégradation plus marquée avec le vieillissement hygrothermique qu'avec les autres vieillissements.

- **Hypothèses d'explications des évolutions des propriétés mécaniques observées**

Il est envisageable que passé une phase de restructuration des fibres de lin, de plastification de la matrice et de dégradation des liaisons à l'interface fibres/matrice par le gonflement des fibres de lin et hydrolyse des liaisons de surface, la dégradation du matériau se ralentisse. Les propriétés résiduelles du matériau sont déterminées après 2 semaines en conditions ambiantes à ~20°C. La rétractation des fibres conduit à des zones de vide entre les fibres et la matrice. Que le matériau soit immergé 2 ou 4 semaines, voire beaucoup plus longtemps, ne change pas le gonflement des fibres. Ainsi après une perte initiale des propriétés mécaniques résiduelles, les celles-ci se stabilisent. L'exposition prolongée au-delà de 2 semaines voit une post-réticulation de la matrice qui pourrait expliquer la légère augmentation de la contrainte, de la déformation à rupture, et des modules dans le cas du composite lin.

Les fibres de verre ne subissent pas de restructuration interne et sont moins affectées par l'eau que les fibres naturelles. Il est possible que le moindre gonflement des fibres de verre et leur nature chimique préserve l'interface fibre/matrice qui se dégrade plus lentement et conduit à une diminution progressive du module résiduel du composite.

4.1.4 Influence du vieillissement hygrothermique sur l'interface composite/béton

La qualité de l'interface entre le béton et le composite est caractérisée par des essais de cisaillement à double recouvrement. Les éprouvettes sont positionnées dans la cuve et recouvertes d'eau à 70°C. Les éprouvettes suivantes ont été testées :

Tableau 62 : Récapitulatif des éprouvettes de cisaillement à double recouvrement introduites dans la cuve pour le vieillissement hygrothermique à 70°C.

	Composite stratifié contact Lin UD220-x3 (T1)	Composite stratifié contact Verre 300-x3	Composite préfabriqué Lin UD400-x4
Sans gel coat	2 éprouvettes cisaillement	2 éprouvettes cisaillement	2 éprouvettes cisaillement
Avec gel coat	2 éprouvettes cisaillement	-	-

Une éprouvette de chaque type est sortie de l'eau après 2 semaines, les autres sont retirées après 4 semaines. Elles sont ensuite laissées en conditions ambiantes à 20°C pendant 2 semaines avant d'être testées.

- **Evolution de l'apparence des éprouvettes au vieillissement hygrothermique**

L'apparence extérieure du composite lié à la surface béton suit la même évolution que le composite seul. Les composites stratifiés au contact subissent un jaunissement qui tend de plus en plus vers l'orangé entre 2 et 4 semaines. Les fibres de lin des composites stratifiés au contact ne semblent pas changer de couleur. Le composite recouvert de gel coat ne présente pas de changements visibles. Les composites préfabriqués à fibres lin se décolorent et blanchissent.

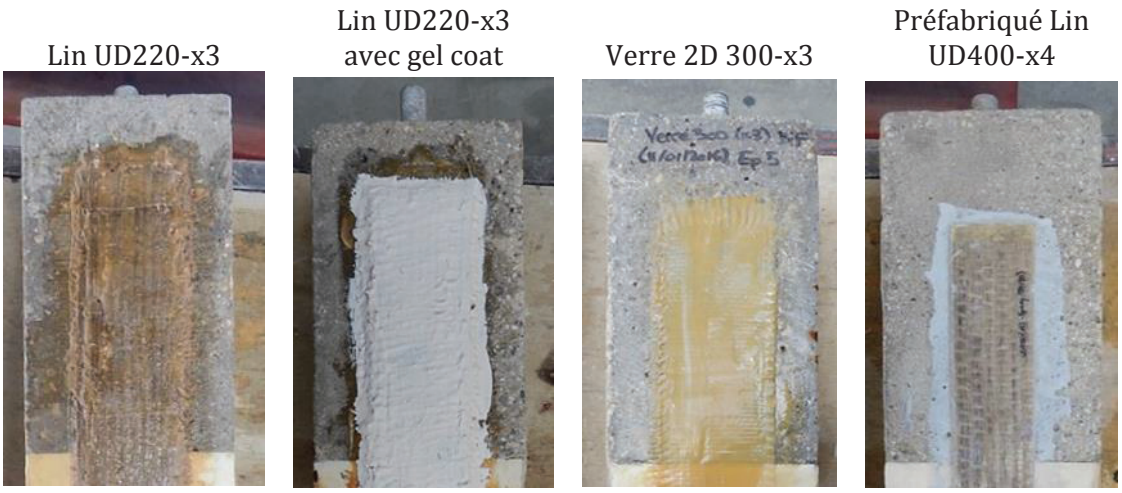


Figure 132 : Apparence extérieure des éprouvettes de cisaillement à double recouvrement après 4 semaines de vieillissement hygrothermique à 70°C.

- **Evolution du mode de rupture des éprouvettes de cisaillement au vieillissement hygrothermique**

Les tests de cisaillement sont menés jusqu'à rupture des éprouvettes. Une éprouvette de cisaillement avec le composite Lin UD220-x3 recouverte d'un gel coat n'ayant pas subie de vieillissement est testée en parallèle des éprouvettes ayant subies le vieillissement pendant 2 semaines. Les données des autres éprouvettes témoins sont prises sur les essais des parties précédentes. Toutes les éprouvettes témoins avant vieillissement rompent dans le support béton.

Le Tableau 63 rassemble les données des tests de cisaillement à double recouvrement avec les différents composites après 2 et 4 semaines d'exposition. La contrainte de cisaillement de tous les composites chute avec l'immersion dans l'eau à 70°C. Or cette valeur dépend fortement des propriétés du béton. Des tests de pastillage du béton des éprouvettes de cisaillement conduisent à une résistance en traction de surface de 2.65 MPa ±0.1 MPa, identique à l'écart-type près au béton n'ayant pas subi de vieillissement hygrothermique. La chute des valeurs de contrainte de cisaillement ne peut s'expliquer par une dégradation de l'interface composite/béton.

De plus le mode de rupture des éprouvettes passent d'une rupture cohésive dans le support béton à une rupture du composite pour les composites stratifiés au contact, et à une rupture de l'interface par décollement pour le composite préfabriqué. L'application d'un gel coat en surface du composite Lin UD220-x4 ne semble pas améliorer les résultats de contrainte à rupture, même au contraire les valeurs sont environ 10% plus basses, par contre la rupture se produit à des déformations plus grandes.

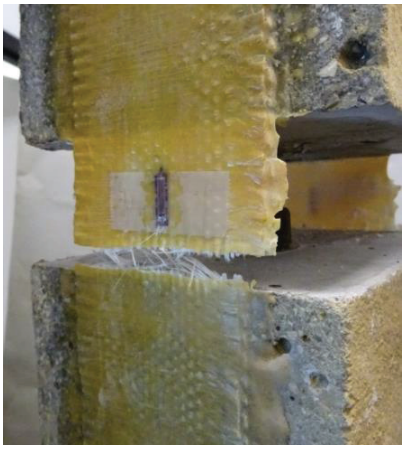
Tableau 63 : Résultats des essais de cisaillement après le vieillissement hygrothermique.

Composite	Durée exposition (semaines)	Largeur b_f (mm)	Longueur d'ancrage L_{anch} (mm)	Charge à rupture $P_{u\,exp}$ (kN)	Contrainte cisaillement $\tau_{adh,u}$ (MPa)	Déformation cisaillement $\gamma_{adh,u}$ (%)
Lin UD220-x4	0	70	200	32.0 (±3.3)	1.22 (±0.13)	1.22 (±0.2)
	2	70	200	33.0	1.22	2.45
	4	70	200	21.9	1.16	1.93
Lin UD220-x4 (gel coat)	0	70	200	31.3	1.20	1.25
	2	70	200	28.0	1.08	2.82
	4	70	200	25.8	1.00	3.25
Verre 2D 300-x4	0	70	200	33.0 (±1.5)	1.21 (±0.01)	1.45 (±0.2)
	2	70	200	21.2	0.75	0.82
	4	70	200	15.8	0.57	0.46
Préfabriqués Lin UD400-x4	0	60	170	31.8	1.32	1.06
	2	60	170	26.9	1.12	1.43
	4	60	170	26.2	1.09	2.20

La rupture des composites stratifiés au contact se produit à quelques centimètres de l'extrémité chargée, au niveau où les contraintes locales sur le composite présentent un maximum. La rupture des composites à fibres de lin se fait avec un déchaussement de fibres de presque 0,5 cm, ce qui n'est pas observé avec les éprouvettes non vieillies pour lesquelles la rupture du composite est plus cohésive. La rupture des composites à fibres de verre est par contre similaire aux éprouvettes non vieillies avec une mise à nu des fibres et un morcellement de la matrice proche de la rupture. Bien qu'il y ait une chute des propriétés entre 2 et 4 semaines d'immersion, le mode de rupture des différents composites reste similaire. La Figure 133 rassemble les modes de rupture des éprouvettes stratifiées au contact :

(a) Lin UD220-x4 (4semaines – eau 70°C)

(b) Lin UD220-x4 avec gel coat (4semaines – eau 70°C)



(c) Verre 2D 300-x4 (4semaines – eau 70°C)

Figure 133 : Modes de ruptures des éprouvettes de cisaillement à double recouvrement stratifiées au contact après 4 semaines de vieillissement hygrothermique à 70°C.

(a) DR Préfabriqué Lin (avant vieillissement) | (b) DR Préfabriqué Lin (2 semaines – eau 70°C) | (c) DR Préfabriqué Lin (4 semaines – eau 70°C)

Figure 134 : Modes de ruptures des éprouvettes de cisaillement à double recouvrement renforcées par le composite lin préfabriqué après 0-2-4 semaines de vieillissement hygrothermique à 70°C.

Pour le composite préfabriqué, avant vieillissement la rupture a lieu dans le support béton avec entrainement lors du décollement du composite d'une de béton. Après 2 semaines de vieillissement hygrothermique la rupture se produit par décollement entre la colle Sikadur 330 et le support béton. Une petite partie du composite en extrémité rompt et reste accrochée au support. Après 4 semaines la rupture se produit de façon mixte d'abord entre la colle Sikadur 330 et le composite et sur la deuxième moitié de la longueur d'ancrage dans le composite lui-même avec une couche de composite qui reste adhérente au support béton. La Figure 134 présente les faciès de rupture des composites préfabriqués.

- **Evolution du comportement de l'interface béton/composites stratifiés au contact**

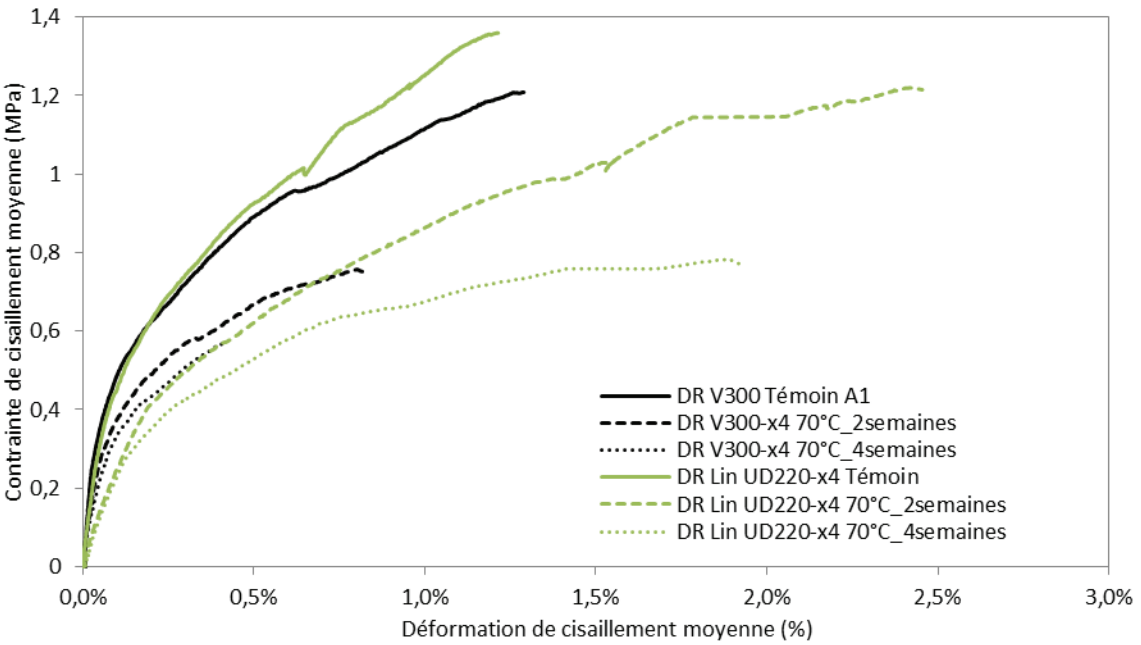


Figure 135 : Evolution du comportement en cisaillement de l'interface des composites Lin et Verre stratifiés au contact après 2 et 4 semaines de vieillissement dans l'eau à 70°C.

La Figure 135 présente l'évolution du comportement global de contrainte/déformation de cisaillement de l'interface des composites avant et après 2 et 4 semaines d'immersion en eau à 70°C. Après 6 mois d'exposition la courbe de contrainte/déformation de cisaillement est confondue avec les courbes des éprouvettes non vieillies. Seule la déformation à rupture est bien décalée vers les hautes déformations.

Pour les composites stratifiés au contact, l'allure des courbes ne change pas fondamentalement, avec toujours une partie initiale linéaire suivie d'un coude et d'une seconde partie relativement linéaire. Il apparait qu'après 2 semaines en eau le module de cisaillement initial a chuté de moitié. La deuxième partie de courbe aussi a une pente nettement plus faible. Après 4 semaines la partie initiale élastique est confondue avec les courbes à 2 semaines, la deuxième partie de courbe par contre a une pente plus faible.

Selon Meaud et al. (2011) la partie initiale ne dépendrait que de la nature de l'adhésif de liaison entre le composite et le béton. Cette hypothèse se vérifie bien pour les éprouvettes Verre et Lin avant vieillissement fabriquées avec la même matrice et dont les parties initiales sont confondues. Toutefois après vieillissement le module de cisaillement initial des composites à fibres de lin est plus faible de 30% que le module des composites à fibres de verre. Il est envisageable que la partie initiale dépende aussi du module du composite. Avant vieillissement les composites à fibres de lin et à fibres de verre présentent un module initial, calculé de façon réelle, comparable à ~9GPa. Après vieillissement l'interface avec les composites lin subit une chute de module de -50% tandis que les composites verre que le module avec les composites verre ne chute que de -40%. Les valeurs des modules sont constantes entre 2 et 4 semaines tout comme la pente de la partie initiale de la courbe de cisaillement.

La deuxième partie de courbe correspond à l'endommagement progressif de l'interface composite/ béton. Comme cela fut discuté en Partie II 3.3 de cette étude, la déformation du composite sur la longueur d'ancrage du béton se reflète par une perte de linéarité de cette seconde partie. Selon les courbes, cette interface continue de se dégrader après 2 semaines. Cette dégradation pourraient découler des phénomènes de plastification de la matrice à l'interphase béton/composite par des phénomènes de diffusion de l'eau provenant du support béton. L'augmentation de la déformation découle de l'augmentation de la déformation des composites.

- **Evolution du comportement de l'interface béton/composite lin préfabriqué**

La Figure 136 présente l'évolution du comportement de l'interface composite/béton des composites préfabriqués lin au cours du vieillissement hygrothermique. Après 2 semaines en immersion dans l'eau à 70°C la partie linéaire initiale de la courbe présente la même pente qu'avant vieillissement mais elle se raccourcit s'arrêtant à 0,1% et non plus 0,2% de déformation. La seconde partie de la courbe présente une pente 50% plus faible qu'avant vieillissement. La courbe à 4 semaines d'immersion est confondue avec la courbe à 2 semaines mais se prolonge à des déformations plus élevées.

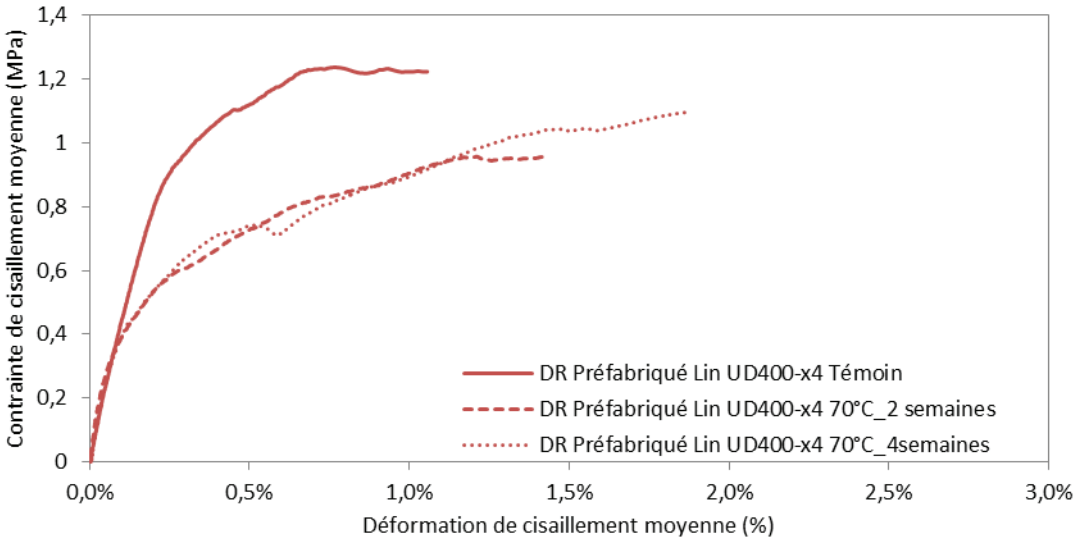


Figure 136 : Evolution du comportement en cisaillement de l'interface des composites Lin préfabriqués après 2 et 4 semaines de vieillissement dans l'eau à 70°C.

Le composite préfabriqué Lin n'a pas été testé seul au vieillissement hygrothermique, toutefois selon les résultats du vieillissement artificiel il est envisageable que les pertes de propriétés sur le module initial soient négligeables. En conséquence les hypothèses développées pour l'évolution du comportement de l'interface entre le béton et les composites stratifiés se confirmeraient. La partie initiale élastique n'est que peu influencée par le vieillissement. La perte de pente de la seconde partie de la courbe traduit la dégradation de l'interface colle/béton. De ce fait la rupture après vieillissement conduit à une rupture de l'interface après décollement du composite.

- **Influence du gel coat sur l'évolution des propriétés au vieillissement hygrothermique**

La Figure 137 présente l'évolution du comportement de l'interface composite/béton des composites stratifiés au contact Lin UD220-x4 avec et sans gel coat. Avant vieillissement la courbe pour le composite avec gel coat se distingue de celle sans gel coat par une pente de la deuxième partie légèrement plus faible. La caractérisation en traction des composites Lin stratifiés au contact et préfabriqués (voir vieillissement artificiel) a montré que le module initial des composites revêtus d'un gel coat est légèrement faible ~5-10% que celui des composites sans revêtement. Cette remarque confirmerait à nouveau l'influence des propriétés du composite sur la deuxième partie de la courbe qui traduit à la fois la rupture progressive de l'interface et la déformation croissante du composite lié à la surface béton. Les parties initiales linéaires sont confondues, n'étant avant vieillissement que dépendante de l'adhésif.

Après vieillissement de 2 et 4 semaines les courbes pour le composite avec gel coat sont confondues. Elles se trouvent à une position intermédiaire entre les courbes du composite sans gel à 2 et 4 semaines mais se terminent à une déformation presque 30% plus élevée. Cette remarque laisse supposer que après avoir initialement diminué les propriétés des composites une augmentation de matière sans apport mécanique, le gel coat ait une certaine fonction de protection contre l'environnement d'immersion. De plus le gel coat étant appliqué en surface

cette remarque impliquerait que la dégradation de l'interface composite/béton est bien en partie activée par l'attaque de l'eau par les côtés voire par diffusion à travers le composite.

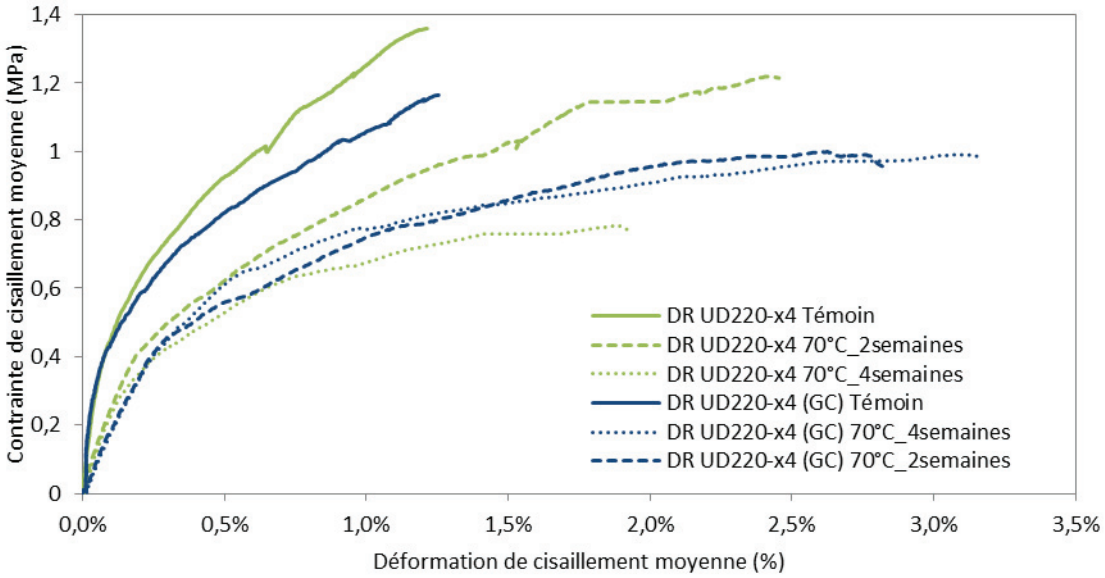


Figure 137 : Evolution du comportement en cisaillement de l'interface des composites Lin préfabriqués après 2 et 4 semaines de vieillissement dans l'eau à 70°C avec et sans gel coat.

4.2 Comparaison des résultats des différents environnements de vieillissement

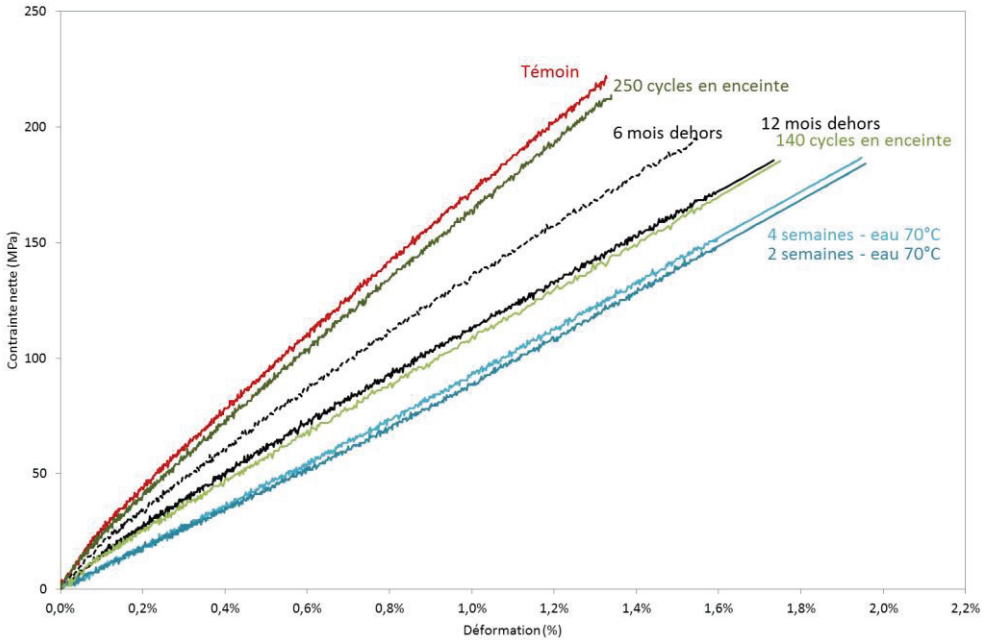


Figure 138 : Comparaison des courbes de traction (contraintes nettes) du composite lin stratifié au contact après les vieillissements climatiques et hygrothermiques.

Comme attendu les propriétés résiduelles des composites sont plus faibles après le vieillissement hygrothermique qu'après les vieillissements climatiques. La contrainte au

contraire diminue de 15% pour les composites lin et de 40% pour les composites verre. Les modules diminuent de 50% pour les composites lin et de 20% pour les composites verre. L'observation de la structure interne par tomographie X met en évidence une dégradation importante de l'interface fibres de lin/matrice qui se traduit par des fissurations qui seraient probablement dues au gonflement des fibres de lin dans l'eau.

Le ralentissement de la diminution des propriétés mécaniques résiduelles lors du vieillissement climatique en extérieur ouvre la possibilité que les courbes de traction convergent progressivement vers les courbes de traction obtenues après un vieillissement hygrothermique. Des essais de vieillissement naturel sur une période de temps plus longue permettraient de vérifier cette hypothèse. Dans un tel cas, la diminution des propriétés mécaniques observées après le vieillissement hygrothermique permettrait de définir des coefficients de réduction pour le dimensionnement des composites de renfort.

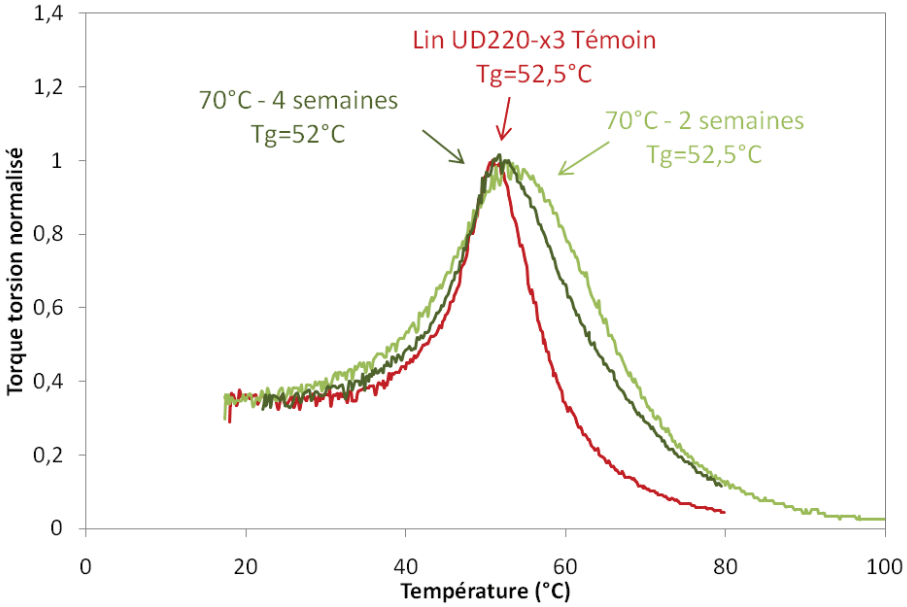


Figure 139 : Evolution des températures de transition vitreuses de composites au cours du vieillissement climatique accéléré en enceinte climatique.

Toutefois lors d'un vieillissement hygrothermique à 70°C il est attendu que le composite stratifié au contact subisse une post-réticulation. La détermination des températures de transition vitreuse des composites conservés 2 semaines à température ambiante ne montrent pas de variations claires de la Tg. Il est probable que l'effet combiné de la plastification et de la post-réticulation de la matrice conduisent à une Tg comparable à la Tg initiale. Comme discuté en partie 2 3.3 afin de vérifier les hypothèses de nouvelles éprouvettes composites pourraient être réalisées et subir une phase de dessiccation avant d'être testées au KINETECH.

Dans le cas où la matrice des composites stratifiés au contact a effectivement partiellement post-réticulé, les propriétés résiduelles après le vieillissement hygrothermique pourraient être supérieures à celles après un vieillissement naturel de plusieurs années. Néanmoins le vieillissement hygrothermique offre des résultats rapides et un ordre de grandeur des dégradations ultimes que pourraient subir le composite lin.

4.3 Détermination de facteurs de sécurité

Cette partie se concentre sur la détermination de coefficients de sécurité à partir des résultats des essais de vieillissement. Ces coefficients sont des facteurs de réduction permettant de prendre en compte l'évolution des propriétés à long terme lors du dimensionnement des composites pour le renforcement de structure. Généralement ces coefficients environnementaux sont déterminés en exposant les composites à des situations particulièrement agressives reproduisant les attaques auxquelles ils seraient soumis dans leur environnement de service. Les facteurs de sécurité sont ensuite déterminés à partir des propriétés résiduelles des matériaux.

La plupart des directives internationales de dimensionnement proposent des coefficients environnementaux dépendant uniquement de la nature des fibres de renfort. Le Tableau 64 issu du fib Bulletin 40 présente les coefficients de réduction de différentes directives.

Tableau 64 : Facteurs de réduction de différentes directives nationales pour prendre en compte les pertes de propriétés dues à l'environnement et aux efforts prolongés.

Facteur	ACI 440.1R-06	NS3473	CSA-S806-02 CHBDC-2006	JSCE
Réduction due une à détérioration environnementale (ULS)	C_E "facteur de réduction environnemental" Humide/sec GFRP: 0.70-0.80 AFRP: 0.80-0.90 CFRP: 0.90-1.00	ηenv "facteur de conversion" GFRP: 0.50 AFRP: 0.90 CFRP: 1.00	ΦFRP "facteur de résistance" GFRP: 0.50 AFRP: 0.60 CFRP: 0.75	1/γfm "facteur matériau" GFRP: 0.77 AFRP: 0.87 CFRP: 0.87
Réduction due à un effort prolongé (ULS)		ηlt "facteur de conversion" GFRP: 0.8-1.0 AFRP: 0.7-1.0 CFRP: 0.9-1.0		
Réduction totale de la contrainte pour les actions environnementales (SLS)	Φ (0,55...0,65) GFRP: 0.39-0.52 AFRP: 0.44-0.59 CFRP: 0.50-0,65	GFRP: 0.40-0.50 AFRP: 0.63-0.90 CFRP: 0.90-1.00	FSLS: Contrainte max lors de la charge de service. GFRP: 0.25 AFRP: 0.35 CFRP: 0.65	GFRP: 0.77 AFRP: 0.87 CFRP: 0.87
Limite d'effort pour une charge permanente (SLS)	GFRP: 0.14-0.16 AFRP: 0.24-0.27 CFRP: 0.44-0.50		Pré/Post tension: GFRP: 0.25-0.30 AFRP: 0.35-0.40 CFRP: 0.65-0.70	"rupture en fluage" doit être : GFRP: ≤ 0.7 AFRP: ≤ 0.7 CFRP: ≤ 0.7

- **Coefficients environnementaux définis par fib Bulletin 40**

La directive fib Bulletin 40 propose une autre méthodologie pour la spécification de durabilité des composites, permettant d'adapter les coefficients de réduction à l'environnement d'exposition quand celui-ci est connu d'avance. Cette méthode a été développée pour des barres de renforcement en composite et nécessite de mettre les composites en conditions réelles d'utilisation. En conséquence les barres sont incluses dans un support béton et les propriétés

sont mesurées pour le système de renfort complet. La valeur de contrainte à prendre en compte dans le dimensionnement se calcule selon :

$$f_{fd} = \frac{f_{k0}}{\eta_{env,t} \cdot \gamma_f}$$

f_{fd} : valeur de contrainte sécurisée
f_{k0} : valeur de contrainte initiale
$\eta_{env,t}$: facteur environnemental
γ_f : facteur matériau

Le facteur γ_f est un facteur matériau rendant compte de la dispersion des propriétés et du mode de rupture du composite. Etant donné que le mode de rupture et les dispersions des propriétés sont comparables pour les composites de renfort présents dans le commerce, ce facteur est proposé égal à 1,25 pour les composites avec des fibres de renfort carbone, aramide et verre.

Le facteur environnemental $\eta_{env,t}$ peut être déterminé par extrapolation à partir des propriétés résiduelles du matériau après une exposition à l'environnement considéré pendant 1000h. Un facteur de réduction par décade logarithmique R_{10} est déterminé graphiquement comme étant la pente de la courbe de contrainte résiduelle en fonction du temps d'exposition avec une double échelle logarithmique. La Figure 140 présente un exemple de la détermination de R_{10} pour deux composites à fibres de verre.

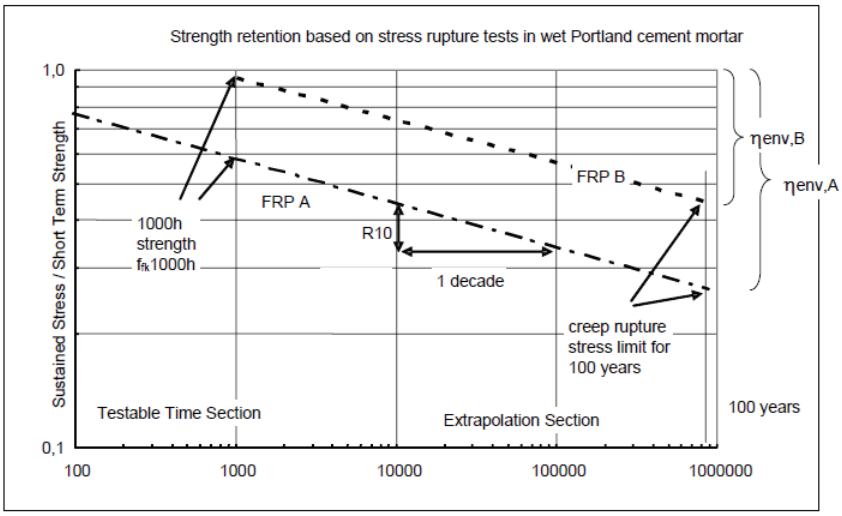


Figure 140 : Exemple de la détermination de R_{10} pour deux composites à fibres de verre avec une durabilité différente.

Le facteur d'environnement $\eta_{env,t}$ s'exprime alors en fonction de R_{10}et de la contrainte résiduelle après 1000h d'exposition $f_{tk1000H}$selon la norme DIN 53768 (1990) :

$$\eta_{env,t} = \frac{f_{tk1000H}/f_{tk0}}{(100\% - R_{10})^n}$$

Lorsque la valeur $f_{tk1000H}$ n'est pas connue, Weber (2006) recommande d'utiliser l'équation:

$$\eta_{env,t} = 1/(100\% - R_{10})^{n+2}$$

Dans les deux cas, l'exposant n traduit l'agressivité de l'environnement d'exposition et se calcule selon

$$n = n_{mo} + n_T + n_{SL}$$

Avec $n_{mo}, n_T et\ n_{SL}$ des termes traduisant respectivement l'influence de l'humidité du support béton, de la Température Moyenne Annuelle (TMA) et de la durée de service désirée. Les valeurs préconisées pour les termes $n_{mo}, n_T et\ n_{SL}$ sont données dans les Tableaux suivants 66, 67 et 68.

Tableau 65 : Valeurs de n_{mo} en fonction de l'humidité du support béton.

Béton sec (HR apparente ≈ 50%)	Béton humide (HR apparente ≈ 80%)	Béton immergé (HR apparente = 100%)
n_{mo}= 0	n_{mo}= 1	n_{mo}= 2

Tableau 66 : Valeurs de n_T en fonction de la température moyenne annuelle TMA.

TAM < 5°C	5 °C < TAM < 15°C	15 °C < TAM < 25°C	25 °C < TAM < 35°C
n_T= 0,5	n_T= 1	n_T= 1,5	n_T= 2

Tableau 67 : Valeurs de n_{SL} en fonction de la durée de service.

1 an	10 ans	50 ans	100 ans
n_{SL} = 0,5	n_{SL} = 1	n_{SL} = 1,5	n_{SL} = 2

La méthode du fib Bulletin conduit à des facteurs environnementaux $1/\eta_{env,t}$ comparables aux coefficients environnementaux des codes internationaux suivant une approche plus conventionnelle. Le Tableau 68 présente les résultats de $\eta_{env,t}$ calculés à partir de valeurs de la littérature :

Tableau 68 : Coefficients environnementaux calculés avec la méthode du fib Bulletin 40 pour des conditions « usuelles » d'utilisation, ie n=3. (fib Bulletin 40)

Fibres de renfort	f_{tk0} (MPa)	R_{10} (%)	$\eta_{env,t}$	$1/\eta_{env,t}$
Verre	650	25	4.16	0.24
	1100	18	1.8	0.55
Aramide	2000	15	2.25	0.44
Carbone	2000	5	1.29	0.77

Les facteurs environnementaux varient du simple au double pour des composites avec des fibres de renfort de même nature. La qualité des fibres et plus généralement du matériau initial se répercute sur la valeur du facteur environnemental.

- **Application de la méthode fib Bulletin 40 aux composites lin stratifiés au contact**

La méthode de détermination des coefficients de réduction environnementaux du fib Bulletin 40 a été développée pour des barres de renforcement en composite. Il est toutefois envisageable d'appliquer cette méthode de réduction pour les composites de renfort extérieur. Les composites de renfort extérieur doivent donc être liés ou mis en contact avec un support béton lors du vieillissement.

Dans sa thèse, S. Marouani (2007) a appliqué la méthode du fib Bulletin 40 à des systèmes composites de renforcement extérieur stratifiés au contact à fibres de carbon et à matrice époxy ou vinylester. L'écart entre les propriétés mesurées expérimentalement après 72 semaines et les valeurs calculées théoriquement est de l'ordre de 20%. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les composites de renfort extérieur stratifiés au contact subissent une phase de consolidation avant de présenter une chute des propriétés résiduelles. La valeur à 1000h d'exposition coïncide avec la phase de consolidation des deux composites.

La méthode du fib Bulletin 40 a été appliquée avec les résultats des propriétés résiduelles du composite lin stratifié au contact et mis à vieillir en extérieur (Figure 141). Les composites ne sont donc pas liés au support béton. L'absence de support béton limite certainement la diffusion d'eau chargée d'alcalins par le support. Toutefois contrairement aux barres composites, les renforcements externes sont exposés à l'environnement avec les rayonnements UV, la pluie et la pollution, qui sont des facteurs de vieillissement très agressifs. L'application de la méthode du fib Bulletin 40 aux composites vieillis en extérieur sans support peut ainsi certainement déjà apporter des éléments caractéristiques de la durabilité du composite.

⟶ Détermination de R_{10} :

Les points des propriétés résiduelles à 3-6-9-12 mois sont bien alignés dans le graphique à double échelle logarithmique (R^2=0,998) ce qui traduit une dégradation régulière des propriétés à l'échelle de temps considérée. Un facteur R_{10} de 0.20 peut être lu graphiquement sur la courbe.

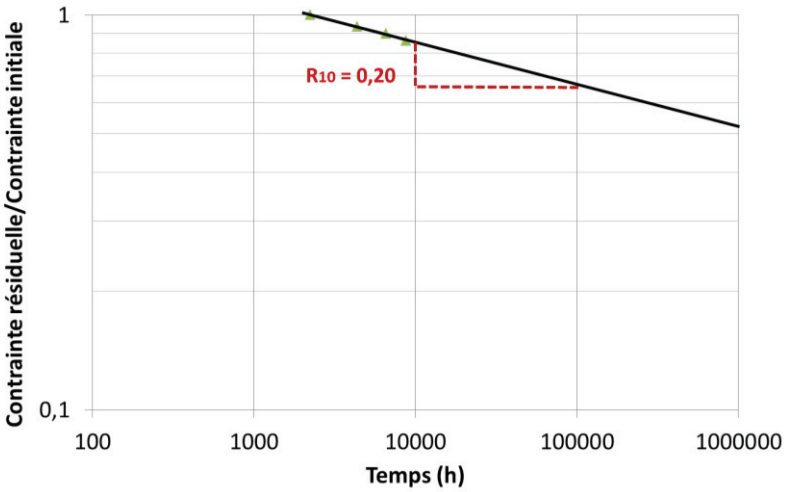


Figure 141: Détermination de R_{10} pour le composite lin stratifié au contact mis à vieillir en extérieur.

⟶ Calcul du facteur environnemental $\eta_{env,t}$:

La valeur des propriétés résiduelles à 1000h n'a pas été mesurée, mais coïncide apparemment à une phase de consolidation ou une perte minime des propriétés mécaniques. La valeur $f_{tk1000H}/f_{tk0}$ peut être déterminée graphiquement à 1,3 afin d'appliquer le calcul de la norme DIN 53768 (1990). Le facteur environnemental $\eta_{env,t}$ peut aussi être estimé par la formule de Weber (2006) ne nécessitant pas la connaissance de $f_{tk1000H}$. Cette estimation ne prend pas en

compte la phase de consolidation initiale et peut conduire à une surestimation de la perte de propriétés du composite.

Pour un environnement extérieur « usuel », sans contact permanent avec l'eau, avec une TMA entre 5-15°C et une durée de service de 100h, le coefficient environnemental $\eta_{env,t}$ pour le composite à fibres de lin est calculé à 3.05 avec la formule de Weber (2006) et à 2.53 avec la formule du DIN 53768 (1990) :

$$\eta_{env,t} = \frac{f_{tk1000H}/f_{tk0}}{(100\% - R_{10})^n} = \frac{1{,}3}{(100\% - 20\%)^3} = 2.53$$

$$\eta_{env,t} = \frac{1}{(100\% - R_{10})^{n+2}} = \frac{1}{(100\% - 20\%)^5} = 3.05$$

Tableau 69 : Résultats des calculs du facteur $\eta_{env,t}$ environnemental à partir des essais en conditions extérieures.

Fibres de renfort	f_{tk0} (MPa)	R_{10} (%)	DIN 53768 (1990)		Weber (2006)	
			$\eta_{env,t}$	$1/\eta_{env,t}$	$\eta_{env,t}$	$1/\eta_{env,t}$
Lin	180	20	2.53	39.5 %	3.05	32.8 %

Selon les données de la littérature en Tableau 68, un R_{10} de 20% est une valeur comparable à celle de composites à fibres de verre. De même un facteur environnemental $\eta_{env,t}$ de 2.5-3.0 est comparable à ceux de certaines barres composites à fibres de verre.

⟶ Discussion sur le facteur matériau γ_f :

Le facteur matériau γ_f traduit le mode de rupture et la dispersion des propriétés mécaniques. Pour les composites préfabriqués par pultrusion comme dans le cas des barres d'armature composite, l'écart-type sur les propriétés est restreint de l'ordre de 5%.

En considérant que le facteur matériau traduit principalement la dispersion des propriétés mécaniques, une approximation peut être supposée selon une logique similaire à l'ACI-440. Les composites à fibres de lin stratifiés au contact ont un écart type $\Delta\sigma$ de ~15% :

$$\frac{1}{\gamma_f} = (1 - 3\Delta\sigma) = 1 - 3 * 15\% = 0.55$$

Ce raisonnement conduirait à réévaluer le facteur matériau à la hausse pour les composites à fibres de lin stratifiés au contact à $\gamma_f = 1{,}80$.

L'application de la méthode fib Bulletin 40 conduit à estimer les propriétés du composite lin stratifié au contact après 100 ans d'exposition en extérieur comme étant :

$$f_{fd} = \frac{f_{k0}}{\eta_{env,t} \cdot \gamma_f} = \frac{180}{2{,}53 \cdot 1{,}80} = 180 \cdot 0{,}22 = 40\ MPa$$

Selon la méthode du fib Bulletin 40 après 100 ans en extérieur le composite aurait perdu ~60-65% de ses propriétés mécaniques, et dans les calculs de dimensionnement un facteur de sécurité de 0.22 serait adapté afin de prendre en compte la dispersion des valeurs et le mode de rupture. Il s'agit approximativement du facteur de sécurité de 0.25 préconisé par ACI-440 pour des composites à fibres de verre de faible résistance chimique.

Après 4 semaines de vieillissement hygrothermique à 70°C, le composite présente une contrainte résiduelle de 85% la contrainte initiale. Les valeurs expérimentales sont largement supérieures à l'estimation après 100 ans du fib Bulletin 40.

- **Discussion sur les résultats des calculs d'un facteur de sécurité**

⟶ Le facteur de sécurité pour le composite à fibres de lin stratifié au contact est comparable à ceux préconisés par les directives nationales pour des composites à fibres de verre de faible résistance chimique.

⟶ Les calculs du facteur de sécurité à partir de la méthode du fib Bulletin ont été menés à partir des résultats des propriétés résiduelles après un an d'exposition à l'environnement extérieur du composite seul. Pour obtenir une valeur plus pertinente, le vieillissement devrait être effectué avec un composite lié à un support béton, et si possible avec un engagement physique représentatif des conditions de service. D'après les essais décrits dans la synthèse bibliographique, la présence d'alcalins provenant du support béton et l'effet synergétique des efforts physiques pourraient conduire à une chute des propriétés mécaniques beaucoup plus élevée.

⟶ Toutefois les résultats de l'essai de vieillissement hygrothermique laissent penser que après une période de chute des propriétés mécaniques du composite par plastification de la matrice et de dégradation des interfaces fibres/matrice, les propriétés mécaniques du composite se stabiliseraient. Cette étape de stabilisation des propriétés semble être atteinte plus rapidement pour un composite de renfort à fibres de lin que pour un composite à fibres synthétiques à cause de la rapidité de la dégradation de l'interface par gonflement des fibres.

⟶ Le raisonnement du fib Bulletin 40 suppose une dégradation régulière des propriétés mécaniques du composite sur une échelle de temps de 100 ans. En conséquence il est possible que cette méthode de calcul du facteur environnemental conduise à une large surestimation des pertes de propriétés mécaniques si celles-ci se stabilisent effectivement après une certaine période de temps.

5. Conclusion de la partie III.

Cette troisième partie présente les résultats d'un programme exploratoire visant à étudier la durabilité des propriétés mécaniques d'un composite à fibres de lin longues pour le renforcement extérieur de structures en béton.

Le premier chapitre présente une synthèse des essais de durabilité menés sur les composites de renfort à fibres synthétiques et les composites à fibres naturelles. Ceux-ci mettent en évidence les phénomènes mis en jeux lors du vieillissement et l'importance des effets combinés des différents facteurs environnementaux sur les composites à matrice polymère. Il en découle que pour envisager déterminer une durée de vie du matériau, seuls des essais de vieillissement climatique permettent de reproduire les dégradations réellement subies par le composite.

Le second chapitre livre les résultats de deux types de vieillissement climatique, un en extérieur en conditions réelles et un accéléré dans une enceinte climatique. Les essais conduisent à déterminer les propriétés mécaniques résiduelles du composite seul et de l'interface fibres/béton. Les résultats montrent que :

- les deux vieillissements conduisent à un jaunissement de la matrice et un blanchiment des fibres de lin,
- après un an d'exposition en extérieur le composite à fibres de lin stratifié au contact a subi une perte de 20% de la contrainte à rupture et de 40% des modules,
- l'interface composite/béton montre une chute de rigidité, mais les essais de cisaillement à double recouvrement mènent toujours à une rupture du support béton,
- le vieillissement accéléré en enceinte climatique après 250 cycles sensés reproduire un vieillissement de 10 ans en extérieur ne conduit pas à une chute notable des propriétés mécaniques des composites testés, ni à une modification du mode rupture de l'interface béton/composite,
- le faible impact du vieillissement accéléré en enceinte climatique pourrait être dû à la post-réticulation de la matrice de stratification au contact lors des phases de températures supérieures à 55°C, ce qui pourrait être analysé après des essais complémentaires.

Le troisième chapitre est dédié à l'identification des propriétés résiduelles limites du composite afin de vérifier si la dégradation des propriétés mécaniques dans un environnement de service usuel ne remet pas en question l'utilisation du lin comme fibres de renfort et de déterminer quelles pourraient être les propriétés résiduelles ultimes du matériau à prendre en compte lors du dimensionnement. Dans ce but des composites ont été soumis à un vieillissement hygrothermique à 70°C. Des coefficients de réduction environnementaux sont finalement déterminés à partir des résultats de vieillissements naturel et hygrothermique et comparés avec les données des composites commerciaux. Ces essais conduisent aux éléments suivants :

- après un vieillissement hygrothermique de 2 semaines le composite stratifié lin subit une chute de contrainte de ~20% et des modules de ~45%, après 4 semaines les propriétés restent stables voire augmentent légèrement, tandis que le composite stratifié

au contact verre subi une chute de ~40% de la contrainte stable entre 2 et 4 semaines, et que son module diminue progressivement de 10% toutes les deux semaines,

- la différence du comportement des composites à fibres de lin et de verre pourrait être due à la différence de comportement des fibres, l'interface fibres/matrice se dégradant plus rapidement pour le composite lin suite au gonflement des fibres,
- les composites à fibres de lin se distinguent des composites de renfort à fibres synthétiques par une augmentation de la déformation à rupture après vieillissement qui induit une moindre dégradation de la contrainte,
- les résultats suggèrent que les propriétés résiduelles des composites stratifiés au contact vieillis à 70°C se stabilisent après une phase initiale de dégradation plus rapide,
- le comportement de l'interface composite/béton testé par test de cisaillement à double recouvrement après le vieillissement hygrothermique montre une diminution de la rigidité pour les composites stratifiés au contact et préfabriqués en accord avec les résultats de la synthèse bibliographique,
- le mode de rupture de l'interface évolue d'une rupture du support à une rupture de l'interface pour le composite lin préfabriqué et à une rupture du composite pour les composites stratifiés au contact, laissant supposer qu'un pli supplémentaire devrait être utilisé pour les deux types de fibres afin de caractériser plus pertinemment le comportement de l'interface,

- les calculs prédictifs des propriétés résiduelles après 100 ans d'exposition menés avec les résultats de vieillissement climatique en extérieur conduisent à un coefficient de réduction environnemental de 0,22 comparable à ceux préconisés par les directives nationales pour des composites à fibres de verre de faible résistance chimique,
- les calculs devraient être menés à partir des résultats sur une plus longue durée d'exposition et avec un composite lié à un support béton, et si possible avec un engagement physique représentatif des conditions de service lors du vieillissement, afin de déterminer si la méthode de calcul s'applique effectivement aux composites stratifiés au contact dont la matrice est sujette à des phénomènes de post-réticulation et aux fibres de lin dont la réorientation des micro-fibrilles

Outre leur intérêt scientifique, les essais de vieillissement soulignent la bonne durabilité des composites à fibres de lin. Pour le composite lin préfabriqué la résine de collage sur support béton semble être l'élément limitant lors du vieillissement. Pour le composite lin stratifié au contact, les pertes de propriétés sont comparables à celles subis par des composites de renfort à fibres de verre de faible résistance chimique. Les résultats ne permettent pas de conclure ni à une validation, ni à une exclusion de l'utilisation du lin pour le renforcement extérieur de structure en béton. Ces premiers résultats soulignent la difficulté de déterminer la durabilité d'un matériau avec des essais de courtes durées. L'accélération des phénomènes de vieillissement par augmentation de la température conduit à des phénomènes complexes qui restent à analyser à la vue d'essais complémentaires. Les tendances révélées par ces premières mesures de vieillissement du composite à fibres de lin stratifié au contact demandent à être confirmées par des études plus complètes focalisant plus spécifiquement sur la durabilité.

Conclusion générale et Perspectives

L'objectif de ce travail de recherche est d'examiner la possibilité d'utiliser des fibres de lin pour le renforcement extérieur de structure en béton comme alternative aux fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques spécifiques et le bilan environnemental avantageux des fibres de lin en font une alternative de haut potentiel aux fibres de verre. Cependant leur origine naturelle conduit à une plus grande variabilité des propriétés, à une faible compatibilité chimique avec les matrices polymères hydrophobes et une sensibilité accrue à l'humidité. De plus la structure interne complexe des fibres de lin conduit à une évolution du module des composites suite à l'alignement des micro-fibrilles lorsqu'ils sont soumis à des efforts de traction axiale. **De nombreuses études ont porté sur la caractérisation des propriétés et de la durabilité de matériaux composites à matrice époxy et à renfort de fibres de lin, toutefois aucun cas de mise en œuvre par stratification au contact pour un usage de renforcement de structure n'a pu être rapporté.** La technique de collage extérieur de composites repose sur la transmission des efforts subis par la structure aux fibres de renfort. Ainsi l'efficacité et la durabilité du renforcement dépendent des propriétés mécaniques des constituants mais aussi et surtout de la qualité des interfaces entre les fibres et la matrice du composite, et entre le composite et la surface béton. Une attention particulière doit être donnée aux choix des constituants et à la bonne imprégnation des fibres.

Dans une première partie expérimentale deux méthodes de mise en œuvre du composite de renfort à fibres de lin, par stratification au contact et par collage de lamelles rigides, sont développées et caractérisées. Les lamelles rigides sont fabriquées par l'entreprise partenaire FIBROLINE par thermocompression avec une matrice époxy. Pour le composite stratifié au contact, deux résines époxy durcissant à température ambiante sont sélectionnées, une liquide pour imprégner les fibres à cœur, et une plus visqueuse pour fixer les fibres imprégnées sur le béton.

La caractérisation en traction des composites à fibres de lin révèle un comportement en traction complexe avec une partie initiale linéaire jusqu'à ~0,1% de déformation et d'une seconde partie linaire de pente plus faible jusqu'à rupture. Pour cette raison deux modules sont déterminés, E_1 entre 0-0,1% et E_2 entre 0,3-0,5% de déformation. Le composite lin fabriqué par thermocompression présente des propriétés mécaniques supérieures aux composites stratifiés au contact (σ_u=220 MPa, E_2=19 GPa) mais largement inférieures aux lamelles rigides du commerce. Pour les composites stratifiés au contact, quel que soit le grammage et le tissage, unidirectionnel ou bidirectionnel, à partir de 2 plis, les propriétés calculées à partir de l'épaisseur des fibres seules sont relativement constantes (σ_u=160 MPa, E_2=13 GPa) avec un taux volumique de fibres de 20-30% et une porosité interne d'environ 5%. L'effort tensile augmente proportionnellement avec le nombre de plis, soulignant la cohésion du matériau dont tous les plis participant à l'effort. La corrélation entre la loi des mélanges et les propriétés mécaniques de contrainte et module (E_2) calculés à partir de l'épaisseur du composite conduisent à calculer un facteur d'efficacité des fibres de l'ordre de 60%. L'observation de la structure interne par tomographie X ne révèle pas de défaut majeur ou de zones de fissuration qui compromettraient

la cohésion du matériau. **La comparaison avec un composite réalisé de façon identique avec un tissu de fibres de verre de grammage similaire montre que l'effort tensile repris est comparable.**

La caractérisation des interfaces composite/béton menée par tests de cisaillement à double recouvrement confirme une bonne adhérence qui se traduit par une rupture du béton avant l'échec du système de renforcement. Pour les composites stratifiés au contact avec des fibres de lin ou de verre, la rupture du système de renforcement peut se produire avec rupture du composite contrairement aux composites préfabriqués dont la rupture se produit par décollement du composite. Les fibres travaillent donc au maximum de leur potentiel. La nature des fibres ne semblent pas influer sur le comportement en cisaillement de l'interface qui peut être modélisé par une loi tri-linéaire, contrairement aux composites préfabriqués dont l'interface présente un comportement bilinéaire. La différence de comportement pourrait être dû à la déformation progressive du composite collé en surface du béton lors de l'essai. L'application de modèles prédictifs est capable de donner une bonne approximation de la force à rupture et de la longueur d'ancrage efficace, mais conduisent à une surestimation de la longueur d'ancrage des composites à fibres de verre.

Dans une seconde partie expérimentale, des essais exploratoires de durabilité ont ensuite été menés pour vérifier la pérennité des propriétés de renforcement dans un environnement de service. Différents composites sont soumis à un vieillissement accéléré artificiel en enceinte climatique tandis que des composites à fibres de lin stratifié au contact sont exposés pendant un an à l'environnement extérieur. Le vieillissement artificiel ne semble pas permettre de reproduire les dégradations du vieillissement naturel à cause de phénomènes complexes de post-réticulation. Dans un deuxième temps un vieillissement hygrothermique à 70°C est mis en place pendant 4 semaines. Les propriétés du composite à fibres de verre subissent une dégradation plus marquée que les composites à fibres de lin. L'interface composite/béton montre une diminution de la rigidité pour tous les composites suite à la plastification de la résine de collage. La perte de rigidité est compensée dans le cas de composites lin par une augmentation de la déformation qui conduit à une faible diminution de la charge à rupture contrairement aux composites verre. Les calculs prédictifs des propriétés résiduelles après 100 ans d'exposition menés avec les résultats de vieillissement climatique en extérieur conduisent à un coefficient de réduction environnemental de 0,22 comparable à ceux préconisés par les directives nationales pour des composites à fibres de verre de faible résistance chimique.

En conclusion les propriétés mécaniques des composites et de leur interface avec le support béton sont très prometteuses. Les systèmes de renforcement à fibres de lin sont capables de reprendre des efforts transmis par cisaillement de façon comparable aux matériaux de renfort à fibres de verre. Les essais de vieillissement soulignent la bonne durabilité des systèmes de renforcement à fibres de lin. Malgré la nature hydrophile des fibres, les premiers essais ne montrent pas de dégradations des propriétés qui rendraient le composite impropre à une utilisation comme renfort extérieur de structures en béton. Plusieurs études ont été menées en parallèle au laboratoire à l'échelle structure. Le

renforcement en cisaillement de poutres et de voiles confirme l'efficacité des systèmes de renforcement à fibres de lin (DiLuccio 2016, Ngo 2015).

En perspective, plusieurs aspects demandent à être complétés avant de pouvoir effectivement utiliser les fibres de lin pour le renforcement extérieur de structures en béton.

Des aspects de choix des matériaux et de la mise en œuvre :

- Pour des raisons de fiabilité, les résines époxy ont été sélectionnées parmi des résines commerciales utilisées dans le domaine du renforcement. Or l'utilisation des fibres de lin conduit à une consommation supérieure de résines, ce qui limite l'intérêt environnemental de la substitution. L'utilisation d'une résine biosourcée et/ou biodégradable, époxy ou autre, permettrait d'obtenir un matériau véritablement écologique sous réserve de développer une telle résine avec les propriétés techniques et l'adhérence au béton nécessaires.
- Les essais de caractérisation ont été menés avec les tissus de lin disponibles de la gamme Nattex® de FLAXTECHNIC. Des recherches complémentaires permettraient de développer un tissu avec un grammage optimisé pour assurer une imprégnation à cœur des fibres tout en limitant le nombre de plis nécessaires.
- D'autres techniques de mise en œuvre comme la stratification sous vide sont envisageables.

Des aspects de caractérisation des composites à fibres de lin :

- La non-linéarité du comportement en traction des fibres de lin conduit à calculer deux modules. Avec les résines époxy choisies la courbe en contrainte ne rejoint pas d'asymptote linéaire. La pertinence de la détermination de ces modules peut être sujette à discussion.
- Les caractéristiques mécaniques déclarées des matériaux de renfort stratifiés au contact peuvent être déterminées à partir de l'épaisseur réelle ou celle des fibres seules par convention implicite. La mise en place d'une norme permettrait d'uniformiser les résultats et faciliter la comparaison entre les produits.
- Le modèle bilinéaire du comportement en cisaillement de l'interface béton/composite ne semble s'appliquer qu'aux composites à fibres de carbone. Développer un modèle applicable à des composites avec des fibres de renfort de module plus faible pourrait être intéressant pour affiner la prédiction des propriétés de renforcement.
- Une campagne d'essais avec plus d'échantillons serait nécessaire pour pouvoir prétendre à des propriétés mécaniques représentatives et exactes.

Des aspects de durabilité :

- Un suivi plus fréquent des propriétés et une analyse des propriétés de Tg pourraient permettre de comprendre les phénomènes mis en jeux lors des essais de vieillissement accéléré.
- Le vieillissement en enceinte climatique pourrait être adapté afin de limiter les phénomènes de post-réticulation tout en assurant une accélération des dégradations par changements rapides chaud/froid.
- Des essais complémentaires de durabilité alliant un vieillissement climatique à des sollicitations de fluage ou fatigue seraient nécessaires pour déterminer l'évolution des propriétés en service.

Des aspects économico-environnementaux :

- L'utilisation de fibres naturelles pour le renforcement extérieur de structures en béton apparaît comme une innovation technique particulièrement intéressante pour les pays en voie de développement. Des essais sont actuellement menés par différentes équipes avec des fibres de bambou et de jute pour des utilisations avec des matrices ductiles et pour des applications post séisme de courtes durées. Une étude comparative des résultats de renforcement obtenus avec les différentes fibres naturelles pourrait conduire à des modèles applicables à diverses fibres et ouvrir des opportunités pour les cas d'urgence.

Références

(Abanilla 2006) Abanilla M.A., Li Y., Karbhari M. Durability characterization of wet lay-up graphite/epoxy composites used in external strengthening. *Composites Part B: Engineering*, 2006, vol. 40 (12), pp. 1063-1076.

(Abdel Baky 2012) Abdel Baky H., Ebead U.A., Neale K.W. Nonlinear micromechanics-based bond–slip model for FRP/concrete interfaces. *Engng Struct,* 2012, vol. 39, pp. 11–23.

(ACI 2008) Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Concrete Structures. *ACI Committee 440.2R-08*, American Concrete Institute, Michigan (2008).

(AFGC 2011) Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites – Recommandations provisoires. *Association Française de Génie Civil*, France (2011).

(AFP 2015) « La France tisse un avenir au lin pour les matériaux composites de demain ». Terre-net.fr, 23/06/2015 (Agence France Presse) http://www.terre-net.fr/observatoire-technique-culturale/strategie-technique-culturale/article/la-france-tisse-un-avenir-au-lin-pour-les-materiaux-composites-de-demain-217-110669.html (Page consultée le 5 septembre 2015)

(Alix 2009) Alix S., Philippe E., Bessadok A., Lebrun L., Morvan C., Marais S. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource Technology* 2009, vol. 100(20), pp. 4742–4749.

(Alix 2011) Alix S., Lebrun L., Morvan C., Marais S. Study of water behaviour of chemically treated flax fibres-based composites: A way to approach the hydric interface. *Composites Science and Technology*, 2011, vol. 71(6), pp. 893-899.

(Apicella 1981) Apicella A., Nicolais L., Astarita G., Drioli E. Hygrothermal history dependence of equilibrium moisture sorption in epoxy resins. *Polymer,* 1981, vol. 22(8), pp. 1064-1067.

(Arbelaiz 2005) Arbelaiz A., Fernandez B., Ramos J.A., Retegi A., Llano-Ponte R., Mondragon I. Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Comp Sci Technol*, 2005, vol. 65, pp. 1582–1592.

(Assarar 2011) Assar M., Scida D., El Mahi A., Poilâne C, Ayad R. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials; Flax-fibres and glass-fibres. *Materials and Design*, 2011, vol. 32, pp. 788-795.

(Azwa 2013) Azwa Z.N., Yousif B.F., Manalo A.C., Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 2013, vol.47, pp. 424-442.

(Backelandt 2005) Backelandt A., Etude des mécanismes d'adhésion à l'interface résine/ciment en vue de la réparation des ouvrages de Génie Civil. *Thèse de doctorat en Génie des matériaux*, soutenue en Mai 2005 à l'INSA de Lyon.

(Bakis 1998) Bakis C.E., Freimanis A.J., Gremel D., Nanni, A. Effect of resin material on bond andtensile properties of unconditioned and conditioned FRP reinforced rods. In: *Proceedings of 1st Int. Conf. on durability of fiber reinforced polymer (FRP) composites for construction, Sherbrooke,* August (1998), pp. 525-535.

(Baley 2002) Baley C. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites: Part A*, 2002, vol. 33, pp. 939–948.

(Baley 2012) Baley C., Le Duigou A., Bourmaud A., Davies P. Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. *Composites Part A – Applied Sciences*, 2012, vol. 43(8), pp. 1226-33.

(Baley 2013) Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur.* Réf : AM5130, Publié :10 janvier 2013.

(Bank 1995) Bank L.C., Gentry T.R. Accelerated test methods to determine the long-term behavior of FRP composite structures : environmental effects. *Journal of reinforced plastic and composites,* 1995, vol. 14, pp. 558-587.

(Bank 1998) Bank L.C., Puterman M., Katz A. The effect of material degradation on bond Properties of fiber reinforced plastic reinforcing bars in concrete. ACI Materials Journal, 1998, vol. 95(3), pp. 232- 243.

(Bank 2003) Bank L.C., Gentry T. R., Thompson B.P., Russell J.S. A model specification for FRP composites for civil engineering structures. *Construction and Building Materials*, 2003, vol. 17(6), pp. 405-437.

(Batra 1998) Batra S. K. Other long vegetable fibers: abaca, banana, sisal, henequen, flax, ramie, hemp, sun, and coir. *Handbook of fiber science and technology*.1985, Marcel Dekker, New York, 728-791.

(Bardonnet 1992) Bardonnet P. Résines époxydes (EP) - Composants et propriétés. *Techniques de l'Ingénieur,* Réf : A3465, Publié : 10août 1992.

(Baroghel-Bouny 2005) Baroghel-Bouny V. Nouvelle approche de la durabilité du béton - Indicateurs et méthodes. *Techniques de l'Ingénieur*. Réf : C2245. Publié : 10 mai 2005.

(Baumgartl 1993) Baumgartl H., Schlarb A. 2. Symposium Nachwachsend Rohstoffe-Perspektiven für die Chemie. Frankfurt, 5–6 Mai 1993.

(Beg 2008) Beg M.D.H., Pickering K.L. Accelerated weathering of unbleached and bleached kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stabil*, 2008, vol. 93, pp. 1939–1946.

(Benmokrane 2005) Benmokrane B., Debaiky A., Nkurunziza G., Cousin, P. Residual Tensile Properties of GFRP Reinforcing Bars after Loading in Severe Environments. *ASCE Journal of Composites for Construction*, 2005, vol. 10(5), pp. 370-380.

(Benmokrane 2015) Benmokrane B. NSERC Research Chair in Innovative FRP Reinforcement for Infrastructure*. IIFC Webinar*. 24 avril 2014

(Bensadoun 2015) Bensadoun F., Vallons K.A.M., Lessard L.B., Verpoest I., Van Vuure A.W. Residual properties and damage evolution of flax-epoxy composites subjected to fatigue loading. *20th International Conference on Composite Materials*, Copenhagen, 19-24th July 2015.

(Benzarti 2011) Benzarti K., Chataigner S., Quiertant M., Marty C., Aubagnac C. Accelerated ageing behaviour of the adhesive bond between concrete specimens and CFRP overlays. *Construction and building materials*, 2011, vol. 25(2), pp. 523-538.

(Berthelot 2012) Berthelot J-M. Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures. *Editions Tec&Doc*, 2012, Lavoisier, Paris (5ieme édition). ISBN : 978-2-7430-1450-6.

(Bisby 2004) Bisby L.A., An Introduction to FRP Strengthening of Concrete Structures. *ISIS Educational Module 4.* Prepared by ISIS Canada, February 2004.

(Blach 1993) Blach B., Merlet J.D. Comment réparer le béton armé. *FRE, cahiers techniques du bâtiment,* FRA. 1993, N°143.

(Bledzki 1999) Bledzki A.K., Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science*, 1999, vol. **24**(2), pp. 221-274.

(Bledzki 2010) Bledzki A.K., Jaszkiewicz A. Mechanical performance of biocomposites based on PLA and PHBV reinforced with natural fibres –a comparative study to PP. *Composites Science and Technology*, 2010, vol. 70, pp. 1687–96.

(Bodros 2007) Bodros E., Pillin I., Montrelay N., Baley C. Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications ? *Composites Sciences Technologies,* 2007, vol. 67(3-4), pp. 462-70.

(Booth 2004) Booth I., Harwood R.J., Wyatt J.L., Grishanov S. A comparative study of the characteristics of fibre-flax (Linum usitatissimum). *Industrial Crops and Products*, 2004, vol. 20, pp. 89–95.

(Bos 1999) Bos H.L., Donald A.M. In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres. *J Mater Sci*, 1999, vol. 34(13), pp. 3029–34.

(Bos 2002) Bos H.L., Van Den Oever M.J.A., Peters O.C.J.J. Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fibre reinforced composites. *J Mater Sci* , 2002, vol. 37(8), pp. 1683–92.

(Bourmaud 2010) Bourmaud A., Morvan C., Baley C. Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. *Industrial Crops and Products*, 2010, vol. 32, pp. 662–667.

(Brahmakumar 2005) Brahmakumar M., Pavithran C., Pillai R.M. Coconut fibre reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer ofthe fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites. *Composites Science and Technology,* 2005, vol. 65, pp. 563–9.

(Brinson 1995) Brinson L.C., Gates T.S. Effects of physical aging on long-term creep behavior of polymers and polymer matrix composites. *International journal of solid and structure,* 1995, vol. 32, pp. 827-846.

(Caggegi 2015) Caggegi C., Chevalier L., Pensée V., Cuomo M. Digital Image Correlation Analysis of CFRP to Brick Bonded Joints Fastened by Fiber Anchor. *Key Engineering Materials,* 2015, vol. 624, pp. 238-245.

(Carus 2011) Carus M. Bio-composites: technologies, applications and markets. In: *4th International conference on sustainable materials, polymers and composites*. Birmingham, UK; 6–7 July 2011.

(Carvelli 2016) Carvelli V. Durability of FRP reinforced concrete structural elements. *COST - FRP Training Course "Reinforcement and strengthening of structures with FRP reinforcement",* 25-29 January 2016, Ghent.

(CECL 2014) Confédération européenne du lin et du chanvre. www.europeanflax.com/ (Site consulté le 5 mars 2015)

(Chajes 1996) Chajes M.J., Finch W.W.J., Januszka T.F., Thonson T.A.J. Bond and force transfer of composite material plates bonded to concrete. *ACI Struct J,* 1996, vol. 93(2), pp. 295–303.

(Chajes 2007) Charlet K., Baley C., Morvan C., Jernot J.P., Gomina M., Bréard J. Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* 2007, vol. 38(8), pp. 1912-1921.

(Charlet 2009) Charlet K., Eve S., Jernot J.P., Gomina M., Breard J. Tensile deformation of a flax fibre. *Proc Eng,* 2009, vol. 1(1), pp. 233–6.

(Chataigner 2010) Chataigner S., Aubagnac C., Quiertant M., Benzarti K. Essai de cisaillement à simple recouvrement pour caractériser l'adhérence de renforts composites sur substrat béton. Méthode d'essai n°72, 36 pages. *Techniques et méthodes des LPC*, LCPC, avril 2010.

(Chen 2001) Chen J.F., Teng J.G. Anchorage strength models for FRP and steel plates bonded to concrete*. J Struct Engng ASCE,* 2001, vol. 127(1), pp. 784–791.

(Cherif 2012) Cherif Z.E., Poilâne C., Momayez L., Chen J. Flax/epoxy prepreg: effect of processing parameters on mechanical properties. *Matériaux and Techniques*; 2012.

(Choudhury 2008) Choudhury A. Isothermal crystallization and mechanical behavior of ionomer treated sisal/HDPE composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 491 (1–2), pp. 492–500

(Clarke 1998) Clarke J.L., Sheard P. Designing Durable FRP Reinforced Concrete Structures - Durability of Fibre Reinforced Polymer (FRP). In: *Proceedings of the 1st International Conference on Composites for Construction (CDCC' 98)*, pp. 3-24, Sherbrooke, 1998.

(CNR-DT 2004) Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Existing Structures – Materials, RC and PC structures, masonry structures. *CNR-DT 200/2004*. Italian National Research Council, Rome, 2004.

(Cognard 2001) Cognard P. Colles et adhésifs - Caractéristiques et types. *Techniques de l'Ingénieur,* Réf : c960, Publié : 10 novembre 2001.

(Cognard 2004) Cognard P. Collage des composites – Caractéristiques et choix des adhésifs. *Techniques de l'Ingénieur,* Réf : AM5220, Publié : 10 avril 2004.

(Colombini 2002) Colombini D., Martinez-Vega J.J., Merle G. Dynamic mechanical investigations of the effects of water sorption and physical ageing on an epoxy resin system. *Polymer*, 2012, vol. 43(16), pp. 4479-4485.

(Coroller 2013) Coroller G., Lefeuvre A., Le Duigou A., Bourmaud A., Ausias G. Effect of flax individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite. *Composites : Part A*, 2013, vol. **51**, pp. 62-70.

(Cudeville 2011) Cudeville A. Recycler le béton. *Pour la Science,* N°408 -octobre 2011, pp. 17-18

(Dai 2005) Dai J., Ueda T., Sato Y. Development of the nonlinear bond stress–slip model of fiber reinforced plastics sheet–concrete interfaces with a simple method. *J Compos Constr,* 2005, vol. 9, pp. 52–62.

(Darque-Ceretti 2003) Darque-Ceretti E., Felder E. Adhésion et adhérence. *Sciences et techniques de l'Ingénieur*. Editeur : CNRS Editions (25 avril 2003). ISBN-10: 2271060923.

(Daviaud 1985) Daviaud R., Filliatre C. Introduction aux matériaux composites; 1-Matrices organiques. *Institut des matériaux composites*, Edition CNRS (1985). ISBN 2-222-03628-3.

(Dejke 2001) Dejke V. Durability of FRP Reinforcement in Concrete, Literature and Experiments. *Ph.D. Thesis at Dept of Building Materials*, Chalmers University of Technology, Goteborg, Sweden (2001).

(Dhakal 2007) Dhakal H., Zhang Z., Richardson M.. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composite Science Technology*, 2007, vol. 67, pp. 1674–1683.

(DIN 1990) DIN 53768, Extrapolationsverfahren für die Bestimmung des Langzeitversagens-verhaltens von glasfaserverstärkten Kunststoffen (GFK). *Extrapolation method for the prediction of thelong term behaviour*. Beuth Verlag, Berlin (1990).

(Diluccio) Di Luccio G. An innovative Frp system for seismic strengthening of existing RC walls: experimental tests and analytical modelling. Thèse de Master, effectué au laboratoire LMC^2 septembre 2015-janvier 2016, soutenue mai 2016.

(Dissanayake 2009) Dissanayake N.P.J, Summerscales J., Grove S.M., Singh M.M. Life Cycle Impact Assessment of Flax Fibre for the Reinforcement of Composites. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 2009, vol. 3(3), pp. 245-248.

(Dittenber 2012) Dittenber D.B., GangaRao H.V.S. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites : Part A*, 2012, vol. 43, pp. 1419-29.

(Ellis 1984) Ellis T.S., Karasz F.E. Interaction of epoxy resins with water: the depression of glass transition temperature. *Polymer*, 1984, vol. 25(5), pp. 664-669.

(Farnfield 2002) Farnfield C.A. Textile terms and definitions. *The Textile Institute*, Alvey PJ Editors, (7th ed.) Manchester (1975). ISBN 0-900739-17-7.

(Faruk 2012) Faruk O., Bledzki A.K., Fink H-P., Sain M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science*, 2012, vol. 37, pp. 1552– 1596.

(Fayolle 2005) Fayolle B., Verdu J. Vieillissement physique des matériaux polymères. *Techniques de l'Ingénieur*. Réf : AM3150, Publié : 10 janvier 2005.

(Ferrier 1999) Ferrier Emmanuel. Comportement de l'interface composite-béton sous des sollicitations de fluage thermos-stimulé et en fatigue oligocyclique. Application au calcul prévisionnel de la durabilité de poutres BA renforcées. *Thèse de doctorat,* soutenue 14/12/1999 à l'Université de Lyon 1.

(Ferrier 2010) Ferrier E., Quirtant M., Benzarti K., Hamelin P. Influence of the properties of externally bonded CFRP on the shear behavior of concrete/composite adhesive joints. *Composites: Part B*, 2010, vol. 41, pp. 354-362.

(Ferrier 2011) Ferrier E., Michel L., Jurkiewiez B., Hamelin P. Creep behavior of adhesives used for external FRP strengthening of RC structures. *Construction and Building Materials*, 2011, vol. 25, pp. 461-467.

(Fib Bulletin 14) Externally bonded FRP reinforcement for RC structures. Bulletin No. 14. Technical report 2001. *Fédération Internationale du Béton (FIB)*- (2001), Lausanne, Suisse. ISBN: 978-2-88394-054-3.

(Fishbein 1998) Fishbein B. Building for the Future: Strategies to Reduce Construction and Demolition Waste in Municipal Projects. New York, NY: INFORM, Inc., 1998.

(Flax council 2014) Flax council of Canada. http://flaxcouncil.ca (Page consultée le 6 septembre 2015)

(FranceAgriMer 2013) Etablissement National des Produits de l'Agriculture et de la Mer. CONSEIL SPÉCIALISÉ oléo-protéagineu xfourrages séchés plantes textiles. Observation de la situation mondiale du lin, *FranceAgriMer* (14 mars 2013)

(Freysinnet 1977) Freysinnet Int, Procédé de renforcement d'ouvrage par tôles collées perforées. Brevet français no 7724639 (10 Août 1977).

(Frigione 2006) Frigione M., Aillo M.A., Naddeo C. Water effects on the bond strength of concrete/concrete adhesive joints. *Construction Building Materials*, 2006, vol. 20, pp. 957-70.

(Gangarao 1997) Gangarao H.V.S., Vijay P.V. Aging of Structural Composites Under Varying Environmental Conditions. *Proceedings of the 3rd International Symposium on Non-Metallic (FRP)Reinforcement for Concrete Structures*, 1997, vol. 2, pp. 91-98.

(Gaur 1994) Gaur U., Chou C.T., Miller B. Effect of hydrothermal aging of bond strength. *Composite*, 1994, vol. 35(7), pp. 256-323.

(Gassan 2001) Gassan J., Bledzki A.K. Thermal degradation of flax and jute fibers. *Journal of Applied Polymer Sciences*, 2001, vol. 82, pp. 1417-1422.

(Gélébart 2007) Gélébart Y., Duflo H., Duclos J. Air couples lamb waves evaluation of the long term thermo-oxidative ageing of carbon-epoxy plates. *NDT&E international*, 2007, vol. 40, pp.29-34.

(Gentry 1998) Gentry T.R., Bank L.C., Barkatt A., Prian L. Accelerated Test Methods to Determine the Long-Term Behavior of Composite Highway Structures Subject to Environmental Loading. *Journal of Composites Technology and Research*, 1998, vol. 20 (1), pp. 38-50.

(Godart 1995) Godart B., Le Roux A. Alcali-réaction dans le béton. *Techniques de l'Ingénieur*, Réf : C2252, Publié : 01 novembre 1995.

(Gourier 2014) Gourier C., Bourmaud A., Le Duigou A. Baley C. Mechanical analysis of elementary flax fibre tensile properties after different thermal cycles. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014, vol. 64, pp. 159–166.

(Hadigheh 2015a) Hadidheh S.A., Gravina R.J., Setunge S. Identification of the interfacial fracture mechanism in the FRP laminated substrates using a modified single lap shear test. *Engineering Fracture Mechanics*, 2015, vol. 134, pp. 317-329.

(Hadigheh 2015b) Hadigheh S.A., Gravina R.J., Setunge S., Kim S.J. Bond characterization of adhesively bonded joints made with the resin infusion (RI) process. *Int J Adhes Adhes*, 2015, vol. 57, pp. 13–21.

(Hamelin 2002) Hamelin P. Renforcement des ouvrages d'art par matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*, Réf : AM5615, Publié : 10 avril 2002.

(Hamelin 2010) Hamelin P. Polymères renforcés de fibres (FRP) – Identification et champs d'application. *Techniques de l'Ingénieur*, Réf: C950, Publié: 10 août 2010.

(Hart-Smith 1994) Hart-Smith L.J. The key to designing durable adhesively bonded joints, Composites, 1994, vol. 25(9).

(Hayward 1997) Hayward D., Hollins E., Johncock P., McEwan I., Pethrick R.A., Pollock E.A. The cure and diffusion of water in halogen containing epoxy/amine thermosets. *Polymer*, 1997, vol. 38(5), pp. 1151-1168.

(Hémond 1994) Hémond G. Utilisation des polymères liquides dans le génie civil. *Techniques de l'Ingénieur*, Réf: C5435, Publié: 10 mai 1994.

(Hollaway 2003) Hollaway L.C. The evolution of and the way forward for advanced polymer composites in the civil infrastructure. *Construction and Building Materials*, 2003, vol. 17, pp. 365–378.

(Hollaway 2010) Hollaway L.C. A review of the present and future utilisation of FRP composites in the civil infrastructure with reference to their important in-service properties. *Construction and Building Materials*, 2010, vol. 24, pp. 2419–2445.

(Hosseini 2014) Hosseini A., Mostofinejad D. Effective bond length of FRP-to-concrete adhesively-bonded joints: Experimental evaluation of existing models. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 2014, vol. 48, pp. 150-158.

(Houhou 2012) Houhou Noureddine. Durabilité des interfaces collées béton/renforts composites : développement d'une méthodologie d'étude basée sur un dispositif de fluage innovant conçu pour être couplé à un vieillissement hygrothermique. *Thèse de doctorat de l'Université Paris-Est*, en Structures et Matériaux, Soutenue le 28/09/2012.

(Huo 2015) Huo J., Dai X., Liu J., Yang J., Lu Y., Xiao Y. Experimental study on dynamic behavior of CFRP-to-concrete interface. In: *Proceeding 12th International Symposium on Fiber Reinforced Polymers for Reinforced Concrete Structures (FRPRCS-12)& The 5th Asia-Pacific Conference on Fiber Reinforced Polymers in Structures (APFIS-2015)Joint Conference*, 14-16 December 2015, Nanjing, China.

(ISIS 2006) Strengthening Reinforced Concrete Structures with Externally—Bonded Fiber Reinforced Polymers (FRPs). *ISIS Design Manual No. 4 (2006)*, Intelligent Sensing fir Innovative Structures (ISIS), Canada.

(JCI 1998) Japanese Concrete Institute, Report II of research committee on continuous fiber-reinforced concrete, 1998, vol. 5.

(Joffe 2003) Joffe R., Andersons J., Wallström L. Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2003, vol. 34(7), pp. 603-612.

(John 2008a) John M.J., Anandjiwala R.D. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymers Composites*, 2008, vol., pp. 187-207.

(John 2008b) John M.J., Thomas S. Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 2008, vol. 71(3), pp. 343-364.

(Joseph 2002) Joseph P.V., Rabello M.S., Mattoso L.H.C., Joseph K, Thomas S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol*, 2002, vol. 62, pp. 1357–1372.

(JSCE 2001) Recommendation for Upgrading of Concrete Structures with use of Continuous Fiber Sheets. Concrete Engineering Series 41. *Japan Society of Civil Engineers*. Tokyo, Japan (2001).

(Kadolph 2001) Kadolph S.J., Langford A.L. Textiles (9th ed.). Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall; 2001. ISBN 0-13-025443-6.

(Karbhari 2006) Karbahri V.M. Dynamic mechanical analysis of the effect of water on E-glass-Vinylester composites. *Journal of reinforced plastics and composites*, 2006, vol. 25(6), pp. 631-644.

(Karbhari 2007) Karbhari V.M., Abanilla M.A. Design factors, reliability, and durability prediction of wet layup carbon/epoxy used in external strengthening. *Composites: Part B*, 2007, vol. 38, pp.10-23.

(Karbhari 2009) Karbhari V.M., Ghosh K. Comparative durability evaluation of ambient temperature cured externally bonded CFRP and GFRP composite systems for repair of bridges. *Composites: Part A*, 2009, vol. 40, pp.1353-1363.

(Kato 1997) Kato,Y., Yamaguchi T., Nishimura T., Uomoto T. Computational model for deterioration of aramid fibre by ultraviolet rays. *Proceedings of the 3rd International Symposium Non-Metallic (FRP) Reinforcement for Concrete Structures*, 1997, vol. 2, 163-170.

(Khalifa 1998) Khalifa A., Gold W.J., Nanni A., Aziz A. Contribution of externally bonded FRP to shear capacity of RC flexural members. *Journal of Composites for Construction*, ASCE 1998, vol. 2(4), pp. 195–203.

(Khalil 2000) Khalil A., Rozman H.D., Ahmad N.N., Ismail H. Acetylated plant-fiber reinforced polyester composites: a study of mechanical, hydrothermal, and aging characteristics. *Polym Plast Technol Engng,* 2000, vol. 39(4), pp. 757–81.

(Klambert 2005) Klambert E.L., Hordijk D.A., Janssen J.M., The influence of temperature on the debonding of externally bonded CFRP. *Special issue of ACI,* 2005, vol.230, pp. 1551–70.

(Ko 2004) Ko H.B., Sato Y. Analysis of FRP-Strengthened RC Members with varied sheet bond stress-slip models. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 2004, vol. 2(3), pp. 317-326.

(Ku 2011) Ku H., Wang H., Pattarachaiyakoop N., Trada M. A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 2011, vol. 42(4), pp. 856-873.

(Lawson 2013) Lawson R. The importance of construction sector to the overall economy, Walesbusiness.org 8/19/13. http://www.walesbusiness.org/2013/08/the-importance-of-construction-sector-to-the-overall-economy/ (Page consultée le 3 avril 2014)

(Le Duigou 2011) Le Duigou A., Davies P., Baley C. Environmental Impact Analysis of the Production of Flax Fibres to be Used as Composite Material Reinforcement. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 2011, vol. 5 (1), pp. 153-165

(Le Duigou 2013) Le Duigou A., Davies P., Baley C. Exploring durability of interfaces in flax fiber/epoxy micro-composites. *Composites: Part A*, 2013, vol. 48, pp. 121-128.

(Le Duigou 2014) Le Duigou A., Kervoelen A., Le Grand A., Nardin M., Baley C. Interfacial properties of flax fibre–epoxy resin systems: Existence of a complex interphase. *Composites Science and Technology,* 2014, vol. 100, pp. 152–157

(Le Moigne 2014) Le Moigne N., Longerey M., Taulemesse J-M., Bénézet J-C., Bergeret A. Study of the interface in natural fibres reinforced poly(lactic acid) biocomposites modified by optimized organosilane treatments. *Industrial Crops and Products*, 2014, vol. 52, pp. 481-494.

(Lessard 2015) Lessard L., Asgarinia S., Viriyasuthee C., Phillips S., Dubé M., Baets J., Van Vuure A., Verpoest I.. Fatigue behavious of woven flax/epoxy composites. *20th International Conference on Composite Materials Copenhagen*, 19-24th July 2015.

(Li 2015) Li Y., Xie L., Ma H. Permeability and mechanical properties of plant fiber reinforced hybrid composites. *Materials & Design*, 2015, vol. 86, pp. 313–320.

(Liang 2012) Liang S., Gning P.B., Guillaumat L. A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. *Composites Science and Technology*. 2012, vol. 72(5), pp. 535–543

(Liang 2014) Liang S., Gning P.B., Guillaumat L. Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 2014, vol. 63, pp. 36–45.

(Lilholt 1999) Lilholt H., Toftegaard H., Thomsen A.B., Schmidt A.S. Natural composites based on cellulosic fibres and polypropylene matrix. Their processing and characterization. In: *Proceedings of ICCM 12*, Paris July 1999.

(Liu 2007) Liu I., Oehlers D., Seracino R. Study of Intermediate Crack Debonding in Adhesively Plated Beams. *Journal Compos. Constr, Special issue: recent International Advancements in FRP Research and Application in Construction*, 2007, vol. 11, pp. 175–183.

(Lu 2005) Lu X.Z., Teng J.G., Ye L.P., Jiang J.J. Bond–slip models for FRP sheets/plates bonded to concrete. *Engineering Structures*, 2005, vol. 27, pp. 920–937.

(Luo 2006) Luo H.L., Lian J.J., Wan Y.Z., Huang Y., Wang Y.L., Jiang H.J. Moisture absorption in VARTM three dimensional braided carbon-epoxy composites with different interface conditions. *Materials Science & Engineering A*, 2006, vol. 25, pp. 70-77.

(Luyckx 1999) Luyckz J. Composites à fibres de carbone dans le Génie civil. *Techniques de l'Ingénieur – Traité Plastiques et Composites.* Réf : AM 5 620, Publié : 1999.

(Machida 1993) Machida A. State-of-the-Art Report on Continuous Fiber Reinforcing Materials. *Society of Civil Engineers (JSCE),* 1993, Tokyo, Japan.

(Marouani 2007) Marouani Sofiène, Approche expérimentale du vieillissement des matériaux composites à matrice polymère utilisés dans la réparation et/ou le renforcement des ouvrages d'arts. *Thèse de doctorat en Génie des matériaux*, soutenue en 2007 à l'Université Lyon 1.

(Marouani 2008) Marouani S., Curtil L., Hamelin P. Composites realized by hand lay-up process in a civil environment: initial properties and durability. *Materials & Structures*, 2008, vol. 41(5), pp. 164-74.

(Marouani 2012) Marouani S., Curtil L., Hamelin P. Ageing of carbon/epoxy and carbon /vinylester composites used in the reinforcement and/or the repair of civil engineering structures. *Composites: Part B*, 2012, vol. 43, pp. 2020-2030.

(Martin 1999) Martin T.W., Derewenda Z.S. The name is bond - H bond. *Nature America Inc*, 1999, vol. 6(5), pp. 403-406.

(McBagonluri 2000) McBagonluri F., Garcia K., Hayes M., Verghese K.N.E., Lesko J.J. Characterization of fatigue and combined environment on durability performance of glass/vinyl ester composite for infrastructure applications. *International Journal of Fatigue*, 2000, vol. 22(1), pp. 53–64.

(Meaud 2011) Meaud C., Jurkiewiez B., Ferrier E. Investigation of creep effects in strengthened RC structures through double lap shear testing. *Composites: Part B*, 2011, vol. 42, pp. 359-366.

(Meshgin 2009) Meshgin P., Choi K-K., Reda Taha M.M., Experimental and analytical investigations of creep of epoxy adhesive at the concrete–FRP interfaces. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 2009, vol. 29(1), pp.56–66.

(Methacanon 2010) Methacanon P., Weerawatsophon U., Sumransin N., Prahsarn C., Bergado D.T. Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. *Carbohydr Polym*, 2010, vol. 82, pp. 1090–1096

(Michel 2007) Michel Laurent. Approches locales et globales du comportement de dalles de béton armé renforcées par matériaux composites. *Thèse de doctorat*, soutenue en 2007 à l'Université Lyon 1.

(Mishra 2003) Mishra S., Mohanty A.K., Drzal L.T., Misra M., Parija S., Nayak S.K., Tripathy S.S. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. *Composites Science and Technology*, 2003, vol. 63(10), pp. 1377–1385.

(Mohanty 2001) Mohanty A.K., Misra M., Drzal L.T. Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: an overview. *Composite Interface*, 2001, vol. 8(5) pp. 313-43.

(Mortaigne 2005) Mortaigne B. Vieillissement des composites – Mécanismes et méthodologie d'étude. *Techniques de l'Ingénieur*, Réf : COR112, Publié : 10 juin 2005.

(Mouton 2003) Mouton Y. Matériaux organiques pour le génie civil – Approche physico-chimique. Editeur : Hermès-Lavoisier 2003. ISBN13 : 978-2-7462-0757-8.

(Netravali 2003) Netravali A.N., Chabba S. Composites get greener. *Material Today,* 2003, vol. 6(4), pp. 22-9.

(Neubauer 1997) Neubauer U., Rostasy F.S. Design aspects of concrete structures strengthened with externally bonded CFRP plates. In*: Proc. of 7th international conference on structural faults and repair*, 1997, vol. 2, pp. 109-18. Edinburgh (Scotland): ECS Publications.

(Ngo 2015) Ngo M-D. Experimental study on the Shear behavior of RC beams reinforced by natural composite materials (linen fibers). In: *Proceeding 7ème conférence international sur les composites avancées dans construction*, 9-11 Septembre 2015, St. John's College, University of Cambridge, UK.

(Oehlers 2004) Oehlers D.J., R. Seracino. Design of FRP and Steel Plated RD Structures: retrofitting beams and slabs for strength, stiffness and ductility. *Oxford, Elsevier*, 2004.

(Okano 1986) Okano et al. A study on strengthening with carbon fiber of existing reinforced concrete structure (Part 1), Research report of Obayashi technical research institute, n° 43, P. 29-32, 1986.

(Oksman 2003) Oksman K., Skrivars M., Selin J.F. Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. *Composites Science Technologies*, 2003, vol. 63(9), pp. 1317-24.

(Panigrahy 2006) Panigrahy B.S., Rana A., Panigrahi S., Chang P. Overview of Flax Fiber reinforced thermoplastic composites. In: *2006 ASAE Annual Meeting,* p. 1. American Society of Agricultural and Biological Engineers.

(Pellegrino 2015) Pellegrino C., Sena-Cruz J. Design Procedures for the Use of Composites in Strengthening of Reinforced Concrete Structures: State-of-the-Art Report, *RILEM Technical Committee 234-DUC*. Springer, 25 août 2015, 392 pages.

(Petrie 2000) Petrie E. Handbook of Adhesives and Sealants. *McGraw-Hill Handbooks*, 2nd Edition, USA. ISBN-13: 000-0071479163

(Petrie 2004) Petrie E. Interphase and interface. *SpecialChem* - May 18, 2004.

(Pillin 2011) Pillin I., Kervoelen A., Bourmaud A., Goimard J., Montrelay N., Baley C. Could oleaginous flax fibres be used as reinforcement for polymers? *Ind Crops Prod*, 2011, vol. 34(3), pp. 1556–63.

(Poilâne 2014) Poilâne C., Cherif Z.E., Richard F., Vivet A., Ben Doudou B. Polymer reinforced by flax fibers as a viscoelastoplastic material. *Composite Structures*, 2014, vol. **112**, pp. 100-112.

(Poineau 2010) Poineau D., Calgaro J-A. Projet de renforcement ou de réparation d'un pont - Par armatures additionnelles - Ajout de forces par armatures de précontrainte additionnelle et/ou déformations imposées. *Techniques de l'Ingénieur*. Réf : C7805. Publié : 10 mai 2010.

(Porter 1997) Porter M.L., Mehus J., Young K., Barnes B., O'Neil, E.F. Aging Degradation of fibre composite reinforcement for concrete structures. In: *Proceedings of the 2nd International Conference Advanced Composite Materials in Bridges and Structures*, Canada, 1997, pp. 641-648.

(Ramesh 2013) Ramesh M., Palanikumar K., Hemachandra Reddy K. Mechanical property evaluation of sisal–jute–glass fiber reinforced polyester composites. *Composites: Part B*, 2013, vol. 48 pp. 1–9.

(Rao 2010) Rao K.M.M., Rao K.M., Prasad A.V.R. Fabrication and testing of naturalfibre composites: vakka, sisal, bamboo and banana. *Materials and Design*, 2010, vol. 31, pp. 508–13.

(RevenuAgricole 2015) Parmentier V. « Pas de place pour de nouveaux hectares ! » RevenuAgricole.fr le 02/07/2014 http://www.revenuagricole.fr/tour-de-plaine-stades-et-maladies/83-memos-techniques-culturales/14842-lin-emblavement-2015-pas-de-place-pour-de-nouveaux-hectares (Page consultée 1 juin 2015)

(Richaud 2011) Richaud E., Verdu J. Vieillissement chimique des polymères - Cinétique de dégradation. *Techniques de l'Ingénieur*. Réf : AM3152, Publié: 10 juillet 2011.

(Romhany 2003) Romhany G., Karger-Kocsis J., Czigany T. Tensile fracture and failure behavior of technical flax fibres. *J Appl Polym Sci*, 2003, vol. 90(13), pp. 3638–45.

(Rouison 2006) Rouison D., Sain M., Couturier M. Resin transfer molding of hemp fiber composites: optimization of the process and mechanical properties of the materials. *Composites Science and Technology*, 2006, vol. 66, pp. 895–906.

(Saadatmanesh 1997) Saadatmanesh H., Tannous F. Durability of FRP rebars and tendons. In: *Proceedings of the 3rd International Symposium on Non-Metallic (FRP) Reinforcement for Concrete Structures*, 1997, vol. 2, pp. 147-154.

(Satyanarayana 1990) Satyanarayana K.G., Sukumaran K., Mukherjee P.S., Pavithran C., Pillai S.G.K. Natural Fibre – Polymer Composites. *Cement & Concrete Composites*, 1990, vol. 12, pp. 117-136.

(Satyanarayana 2009) Satyanarayana K.G., Arizaga G.G., Wypych F. Biodegradable composites based on lingo cellulosic fibers – an overview. *Prog Polym Sci*, 2009, vol. 34, pp. 982–1021.

(Savioa 2003) Savioa M., Farracuti B., Mazzotti D. Non-linear bond–slip law for FRP concrete interface. In: *Proc. of 6th international symposium on FRP reinforcement for concrete structures*, Singapore. World Scientific Publications, 2003, pp. 163–72.

(Scheibe 1995) Scheibe M., Rostasy F.S. Stress-rupture of AFRP subjected to alkaline and elevated temperatures. In: *Proceeding of the Second International Symposium Non-Metallic (FRP) Reinforcement for Concrete Structures, 1995*. L. Taerwe Ed., pp. 67-73.

(Scida 2013) Scida D., Assarar M., Poilâne C., Ayad R. Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites: Part B*, 2013, vol. **48**, pp. 51-58.

(Seracino 2007) Seracino R., Raizal Saifulnaz M.R., Ohlers D.J. Generic debonding resistance of EB and NSM plate-to-concrete joints. *Journal of Composites for Construction*, 2007, vol. 11(1), pp. 62–70.

(Serres 1980) Serres A.M. Selection of paints and coating used in civil engineering and for road safety. *Durability of Building Materials and Composites*, ASTM STP 691.

(SETRA 1995) SETRA. Ouvrages d'art réhabilitation : un diagnostic plus sévère que prévu. Le Moniteur, p. 26, 13 janv. 1995.

(Setunge 2002) Setunge. Review of strengthening techniques using externally bonded fiber reinforced polymer composites, Report 2002-005-C-01. Commanded by CRC Construction Innovation (2002).

(Shah 2013) Shah D.U., Schubel P.J., Clifford M.J. Can flax replace E-glass in structural composites? A small wind turbine blade case study. *Composites: Part B*, 2013, vol. 52, pp. 172–181.

(Sharpe 1964) Sharpe L.H., Schonhorn H. *Advances in Chemistry Series*, 1964, vol. 43 (ed. R.F. Gould), American Chemical Society, Washington.

(Shubhra 2011) Shubhra Q.T.H., Alam A.K.M.M., Beg M.D.H. Mechanical and degradation characteristics of natural silk fiber reinforced gelatin composites. *Material Letters*, 2011, vol. 65, pp. 333–336.

(Sieffert 2014) Sieffert Y. Le béton armé selon l'Eurocode 2 – Cours et exercices corrigés. *DUNOD*, 2010, 2013,2014. (2° Edition). ISBN 978-2-10-071285-4.

(Signor 2003) Signor A.W., Van Landingham M.R., Chin J.W. Effect of ultraviolet radiation exposure on vinyl ester resins: characterization of chemical, physical and mechanical damage. *Polymer degradation and Stability*, 2003, vol. 79, pp. 359-368.

(Silva 2008) Silva M.A.G., Biscaia H. Degradation of bond between FRP and RC beams. *Composites Structures,* 2008, vol. 85, pp. 164-74.

(Startsev 1999) Startsev O.V., Krotov A.S., Startseva L.T. Interlayer shear strength of polymer composite materials during long term climatic ageing. *Polymer Degradation and Stability*, 1999, vol. 63(2), pp.183-186.

(Stamboulis 2000) Stamboulis A., Baillie C.A., Garkhail S.K., Van Melick H.G.H., Peijs T. Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix. *Appl Compos Mater*, 2000, vol. 7, pp. 273–294.

(Steckel 1998) Steckel G.L., Hawkins G.F., Bauer J.L. Environmental Durability of Composites for Seismic Retrofit of Bridge Columns. In: *Proceedings of the 2nd International Conference on Fibre Composites in Infrastructure ICCI'98*, 1998, vol. 2, pp. 460-475.

(Struik 1978) Struik L.C.E. Orientation effects and cooling stresses in amorphous polymers. *Polymer Engineering & Science*, 1978, vol. 18(10), pp. 799–811.

(Summerscales 2010) Summerscales J., Dissanayake N.P.J., Virk A.S., Hall W. A review of bast fibres and their composites. Part 1–Fibres as reinforcements. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41(10), pp. 1329-1335.

(Täljsten 1994) Täljsten B. Plate bonding: strengthening of existing concretestructures with epoxy bonded plates of steel or fiber reinforcedplastics. *Ph.D. thesis* at Lulea University of Technology, Sweden, 1994.

(Terre-net 2012) Carpentier M. « Lin textile : la rentabilité revient à la mode » Terre-net le 24/04/2012 http://www.terre-net.fr/actualite-agricole/economie-social/article/lin-textile-la-rentabilite-revient-a-la-mode-202-79628.html (Page consultée le 7 février 2015)

(Thomas 2011) Thomas C. Cours de Chimie des Polymères à l'ENSCP, Année 2011-12.

(Toutanji 1997) Toutanji H.A., Gomez W. Durability chracteristics of concrete beams externally bonded with FRP composite sheets. *Cement Concrete Composites*, 1997, vol. 19, pp. 351-8.

(TR55 2004) Design guidance for strengthening concrete structures using fiber composite materials. Second Edition (2004), Technical Report No. 55 of the Concrete Society, UK.

(Troger 1998) Troger F., Wegener G., Seemann C. Miscanthus and flax as raw material for reinforced particleboards. *Ind Crops Prod*, 1998, vol. 8(2), pp. 113–21.

(Ueki 2015) Ueki Y., Lilholt H., Madsen B. Fatigue bahaviour of uni-directional flax fibre/epoxy composites. In: *Proceeding 20th International Conference on Composite Materials*, Copenhagen, 19-24th July 2015.

(Valdez-Gonzalez 1999) Valadez-Gonzalez A., Cervantes-Uc J.M., Olayo R., Herrera-Franco P.J. Chemical modification of henequen fibers with an organosilane coupling agent. *Comp. Part B*, 1999, vol. 30(3), pp. 321-331.

(Van de Weyenberg 2003) Van de Weyenberg I., Ivens J., De Coster A., Kino B., Baetens E., Verpoest I. Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. *Composites Science and Technology*, 2003, vol. 63(9), pp. 1241-1246.

(Van de Weyenberg 2006) Van de Weyenberg I., Chi Truong T., Vangrimde B., Verpoest I. Improving the properties of DU flax fibre reinforced composites by applying an alkaline treatment. *Composite Part A*, 2006, vol. 37(9), pp. 136-76.

(Van Gemert 1980) Van Gemert D. Force transfer in epoxy-bonded steel–concrete joints. *Int J Adhes Adhesives*, 1980, vol. 1, pp. 67–72.

(Verdu 2000) Verdu J. Action de l'eau sur les plastiques. *Techniques de l'Ingénieur.* Réf : AM3165. Publié : 10 janv. 2000.

(Verdu 2002) Verdu J. Vieillissement chimique: modélisation cinétique. *Techniques de l'ingénieur, Plastiques et composites*, Réf: AM3153, Publié : 2002.

(Wagner 1994) Wagner H.D., Lustiger A. Effect of water on the mechanical adhesion of the glass/epoxy interface. Composite, 1994, vol. 25(7), pp. 613-616.

(Wang 2005) Wang W., Sain M., Cooper P.A. Hygrothermal weathering of rice hull/HDPE composites under extreme climatic conditions. *Polym Degrad Stabil*, 2005, vol. 90, pp. 540–545.

(Weber 2006) Weber A. Durability approach for GFRP Rebars. In: *Proceedings of the 3rd International Conference on FRP Composites in Civil Engineering (CICE 2006),* Miami, USA.

(Wu 2002) Wu Z.S., Yuan H., Niu H.D. Stress transfer and fracture propagation indifferent kinds of adhesive joints. *Journal of Engineering Mechanics*, ASCE, 2002, vol. 128(5), pp. 562–73.

(Xie 2010) Xie Y., Hill C.A.S., Xiao Z., Militz H., Mai C. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: a review. *Compos A : Appl Sci Manuf*, 2010, vol. 41, pp. 806–819.

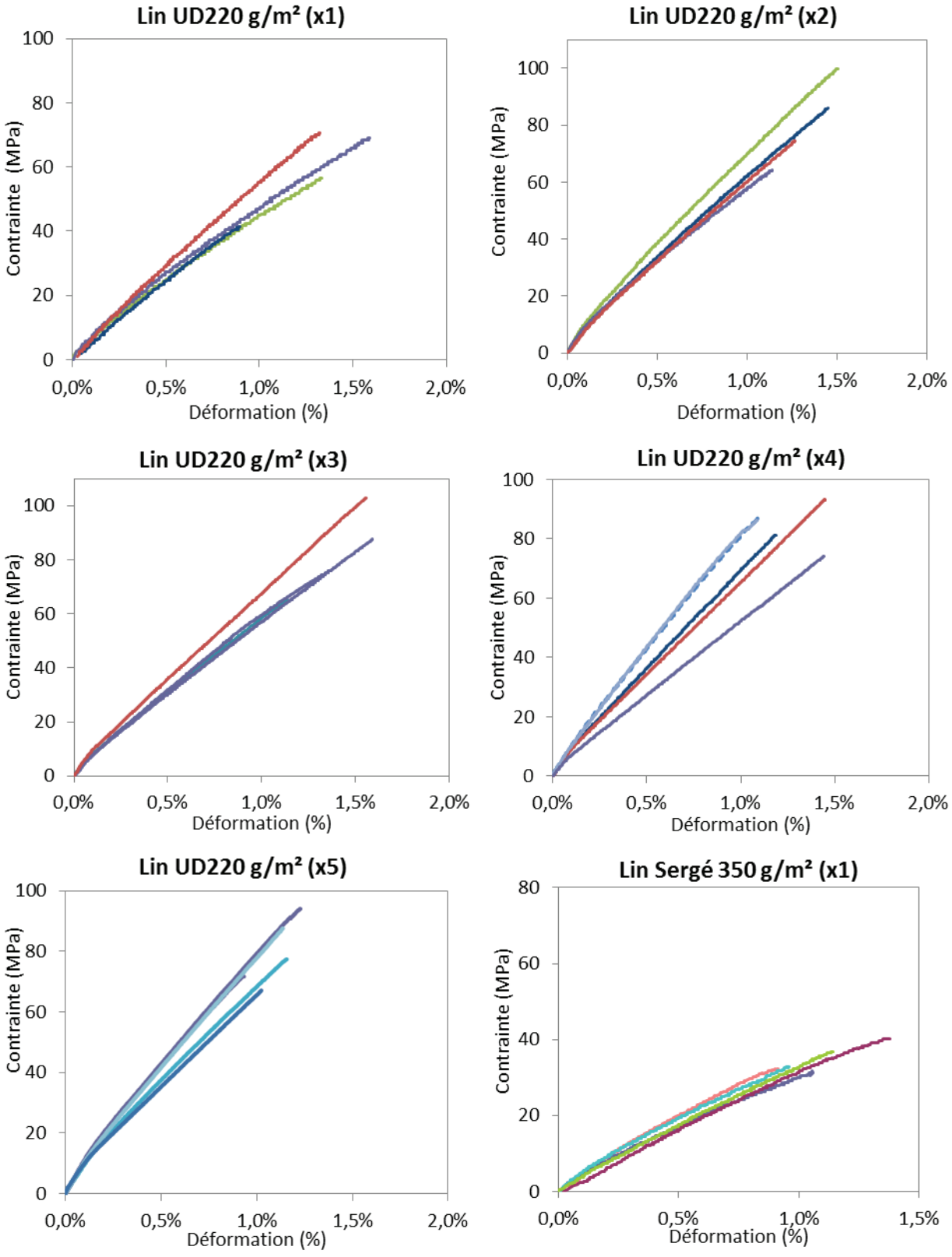
(Yan 2014) Yan L., Chouw N., Jayaraman K.. Flax fibre and its composites – A review. *Composites Part B: Engineering*, 2014, vol. 56, pp. 296–317.

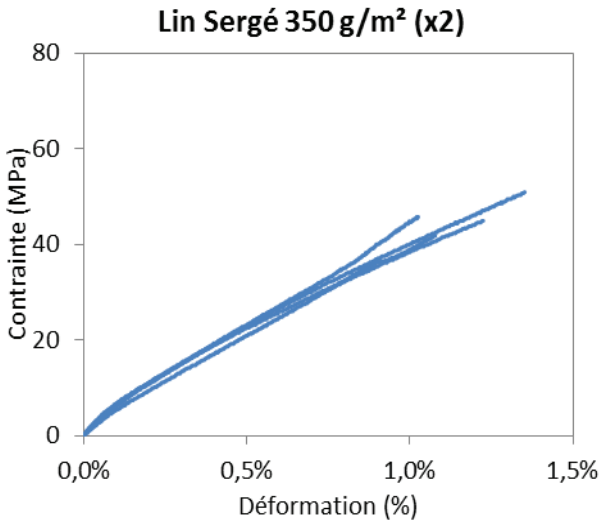
(Yao 2005) Yao J., Teng J.G., Chen J.F. Experimental study on FRP-to-concrete bonded joints, *Composites: Part B*, 2005, vol. 36, pp. 99-113.

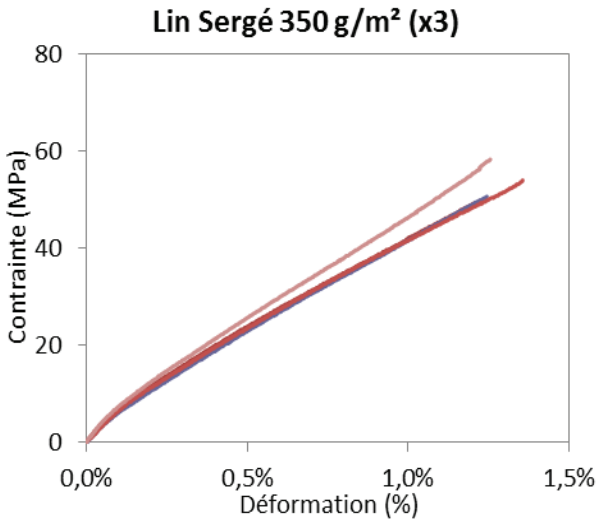
(Yuan 2004) Yuan H., Teng J.G., Seracino R., Wu Z.S., Yao J. Full-range behavior of FRP-to-concrete bonded joints. *Engineering Structures*, 2004, vol. 26, pp. 553–565.

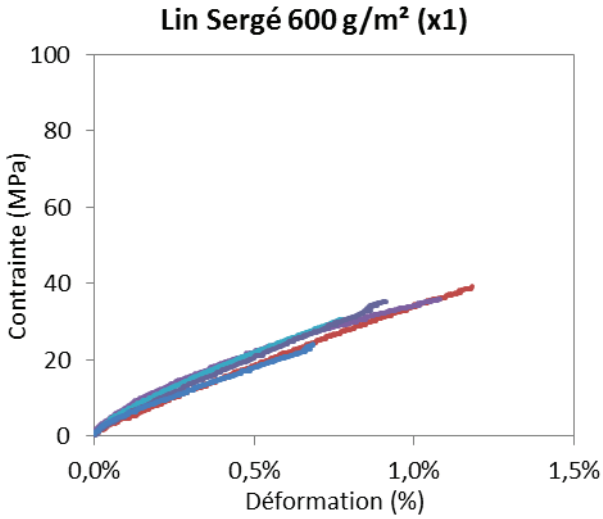
ANNEXES

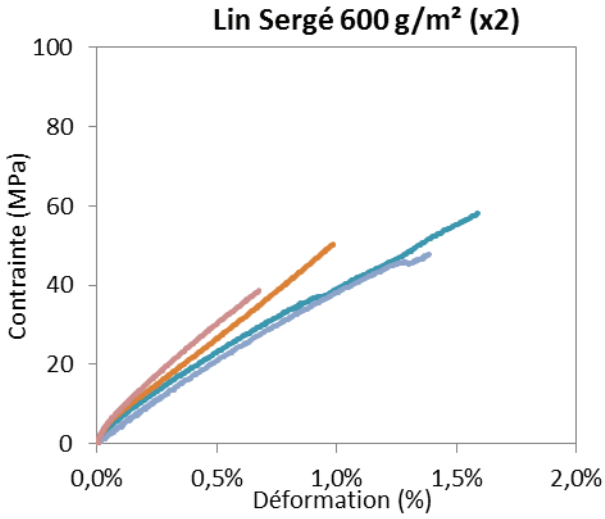
<u>ANNEXE 1</u> : Courbes contrainte-déformation (contraintes réelles) associées aux valeurs des composites avec différents tissus et un nombre de plis de 1 à 5 - Partie II 2.2.2 (Tableau 29).

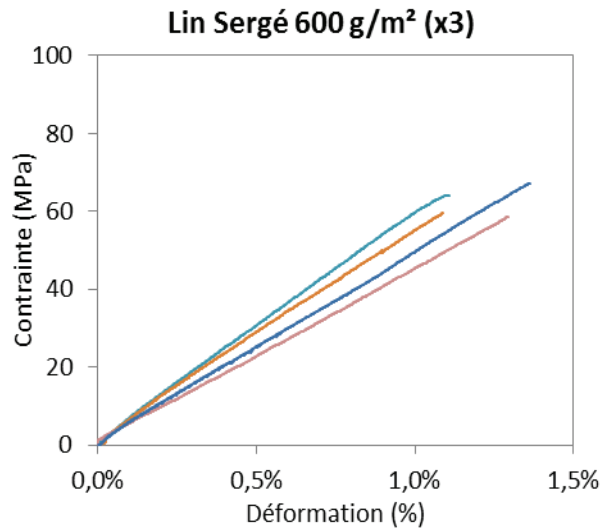


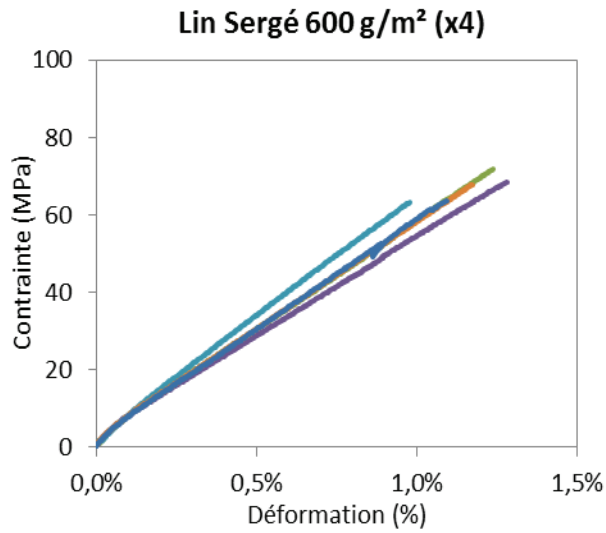

Lin Sergé 350 g/m² (x2)
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
20
40
60
80
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

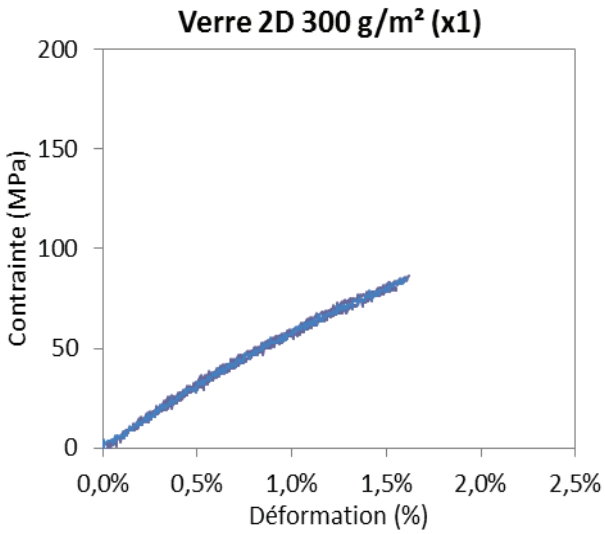

Lin Sergé 350 g/m² (x3)
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
20
40
60
80
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

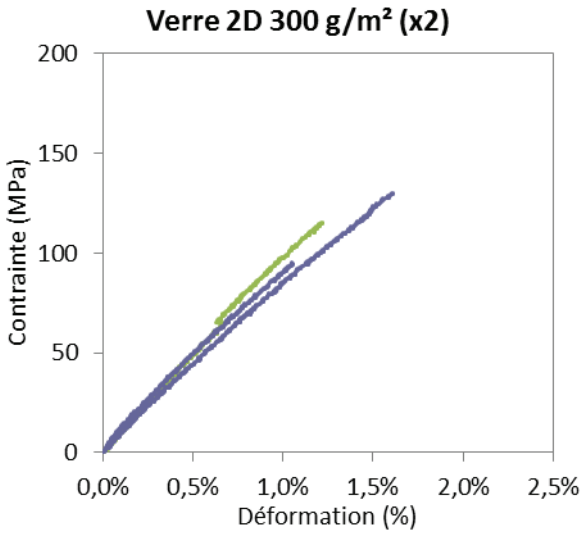

Lin Sergé 600 g/m² (x1)
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
20
40
60
80
100
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

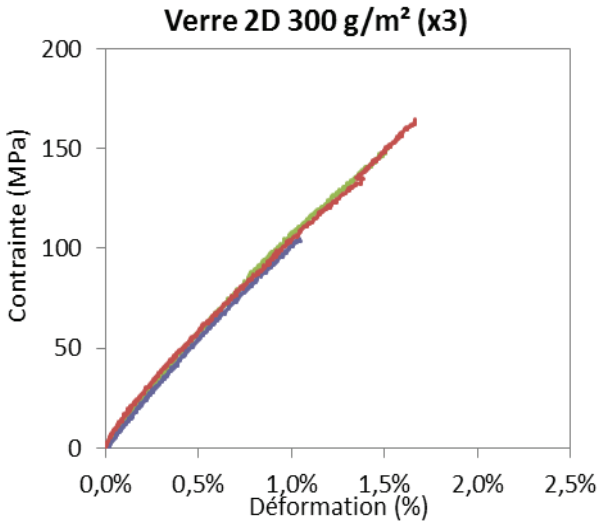

Lin Sergé 600 g/m² (x2)
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
20
40
60
80
100
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%

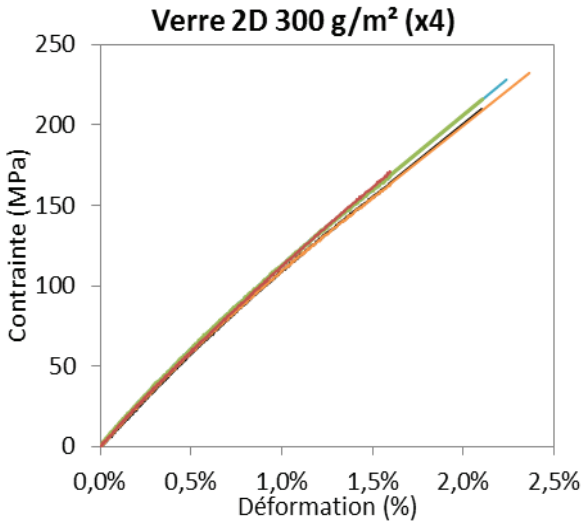

Lin Sergé 600 g/m² (x3)
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
20
40
60
80
100
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%


Lin Sergé 600 g/m² (x4)
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
20
40
60
80
100
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

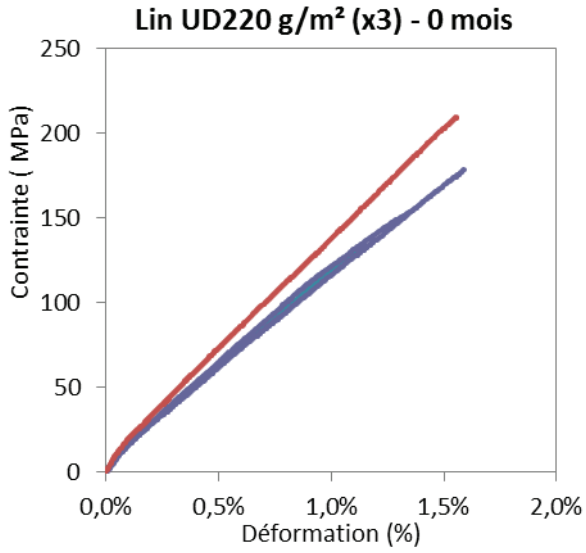

Verre 2D 300 g/m² (x1)
Contrainte (MPa)
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
2,5%
Déformation (%)

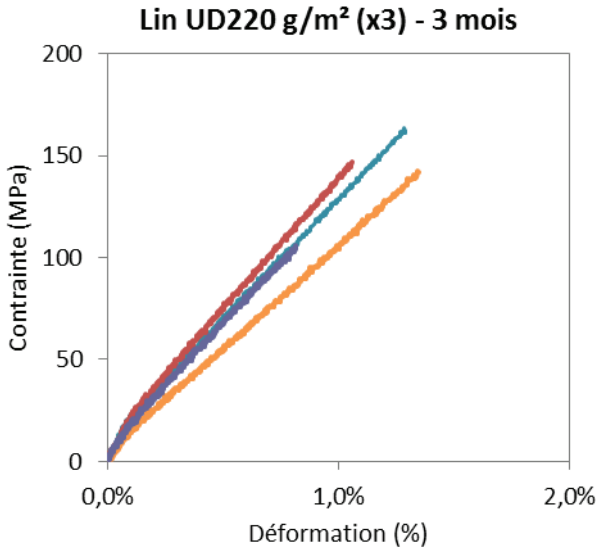

Verre 2D 300 g/m² (x2)
Contrainte (MPa)
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
2,5%
Déformation (%)

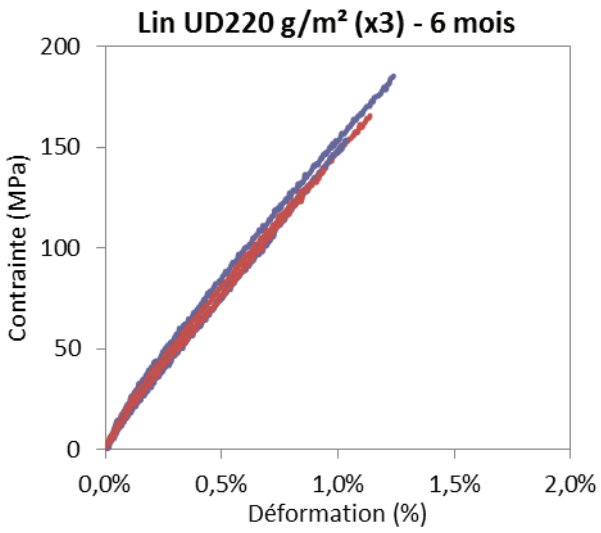

Verre 2D 300 g/m² (x3)
Contrainte (MPa)
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
2,5%
Déformation (%)

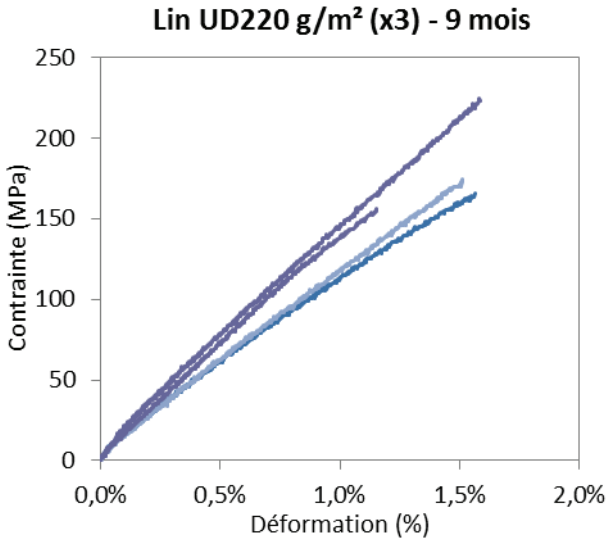

Verre 2D 300 g/m² (x4)
Contrainte (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
2,5%
Déformation (%)

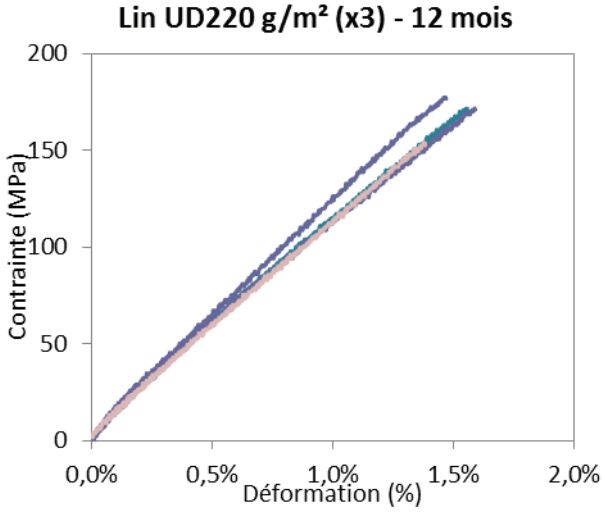
<u>ANNEXE 2</u> : Courbes contrainte-déformation (contraintes nettes) associées aux valeurs après vieillissement climatique naturel - Partie III 3.1.2 (Tableau 51).





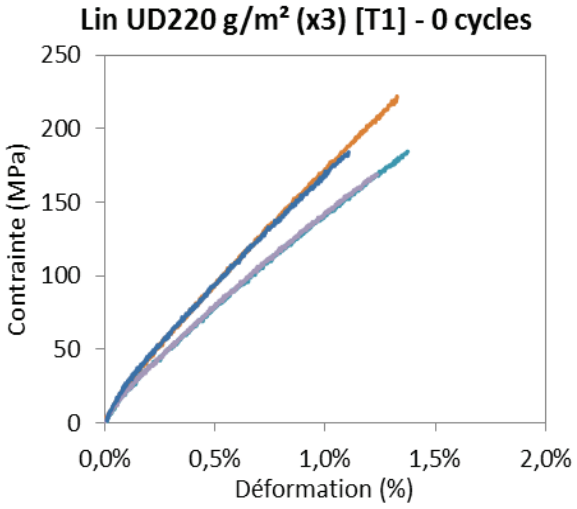


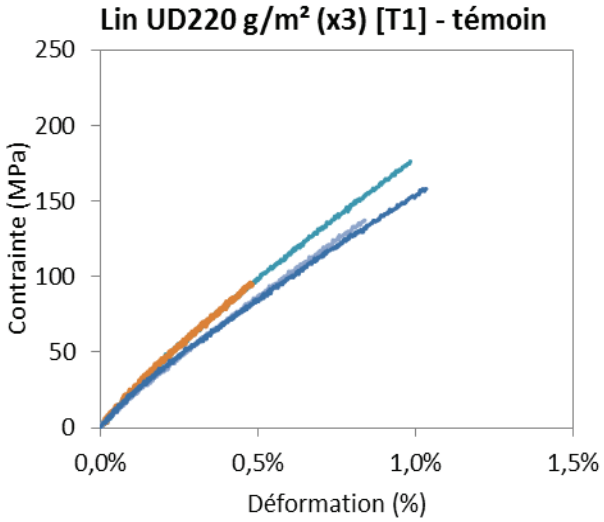


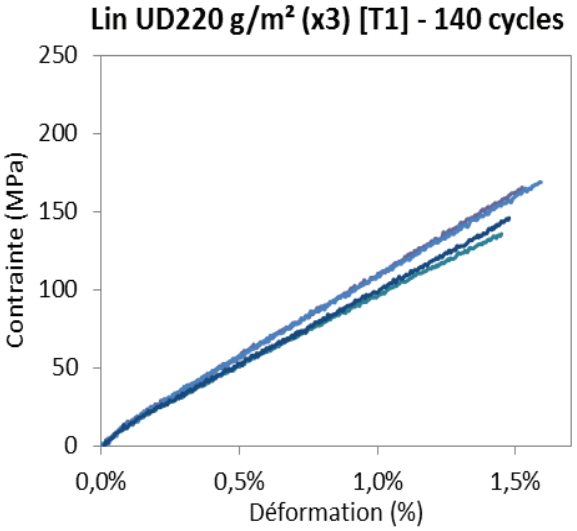


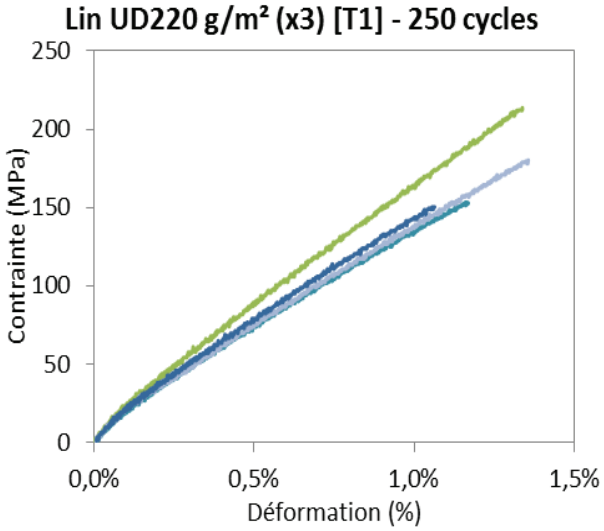
ANNEXE 3 : Courbes contrainte-déformation (contraintes nettes) associées aux valeurs après vieillissement climatique artificiel - Partie III 3.2.2 (Tableau 56).

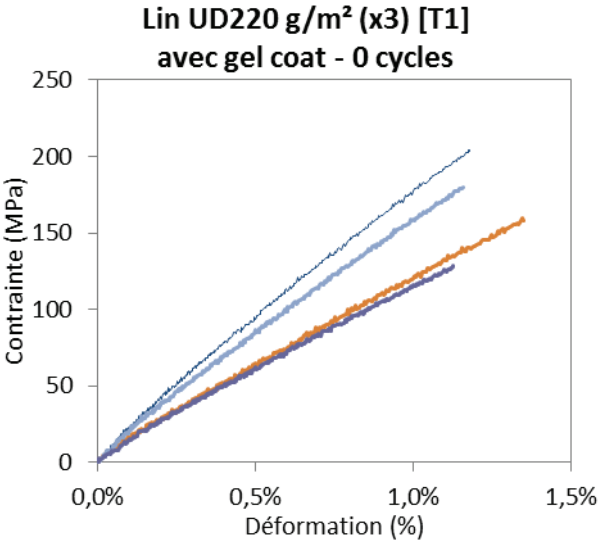
Les courbes "témoins" correspondent aux composites témoins conservées à température ambiante ~20°C pendant la durée du vieillissement artificiel (~1 an).

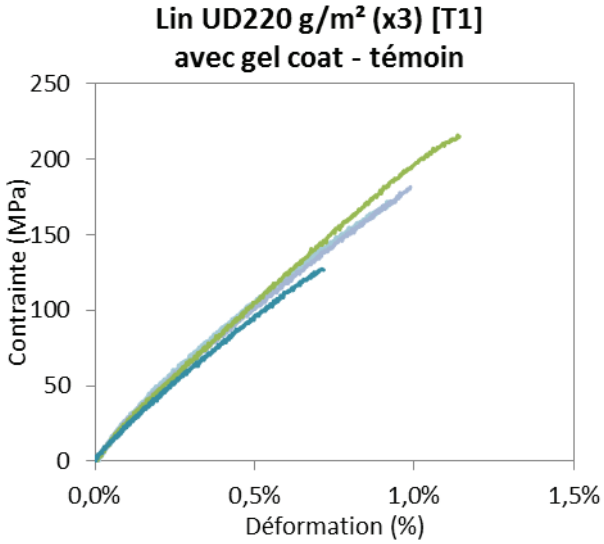


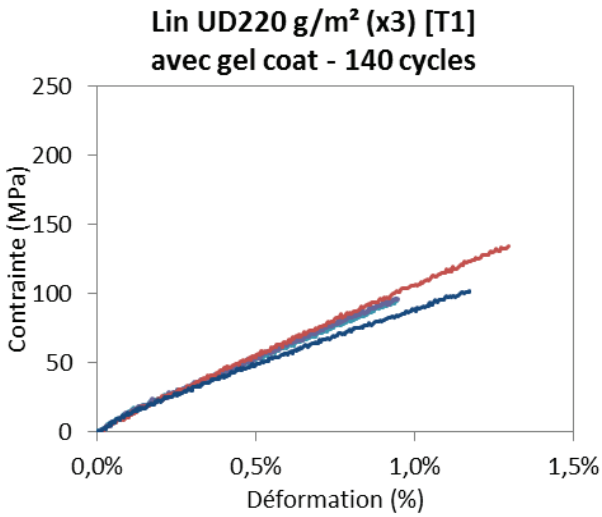


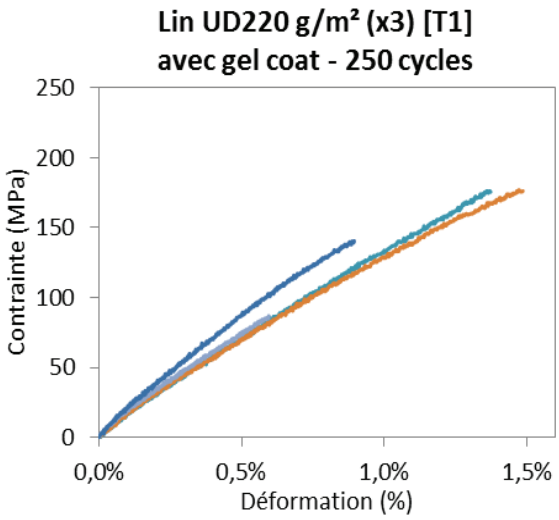


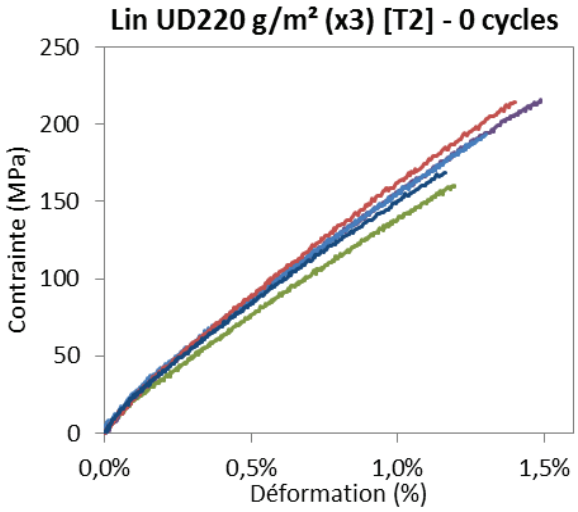


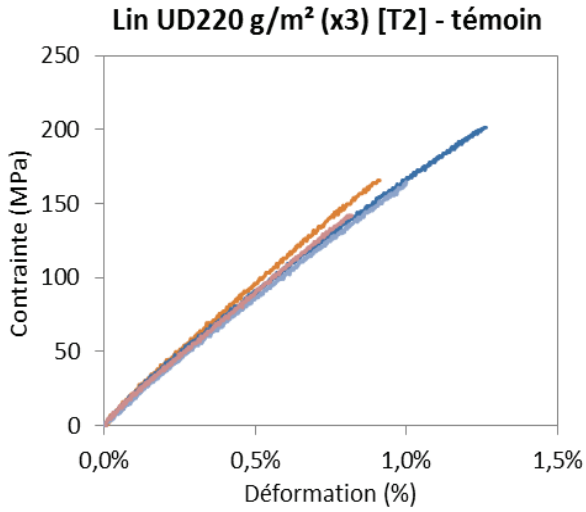


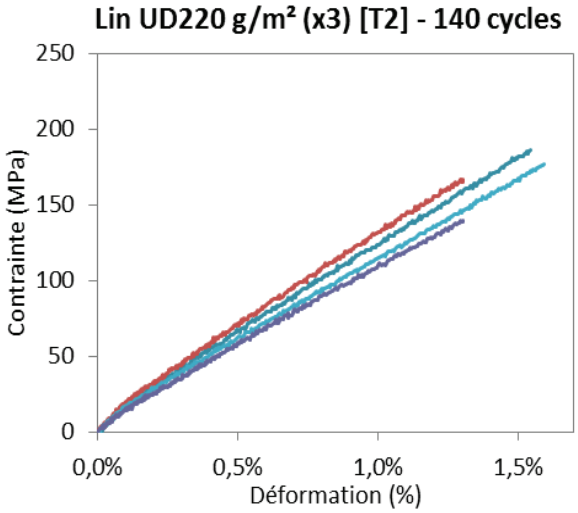


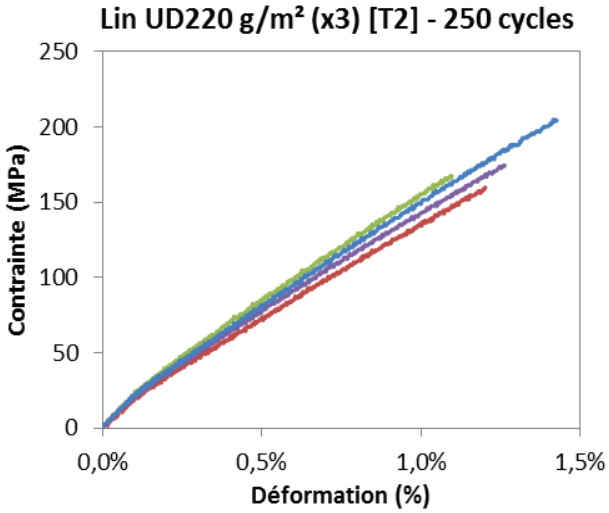

Lin UD220 g/m² (x3) [T1]
avec gel coat - 140 cycles
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
50
100
150
200
250
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

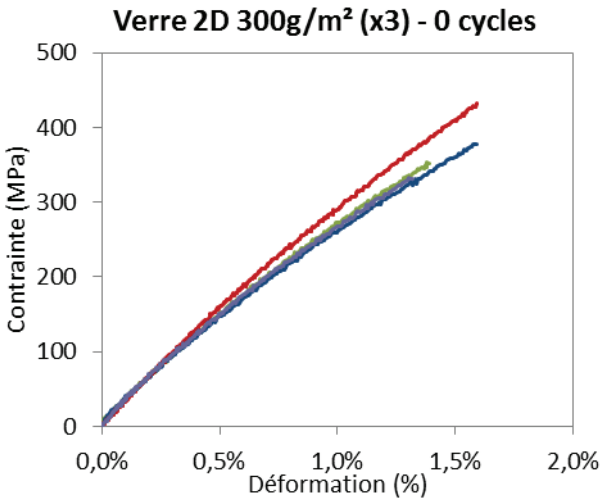

Lin UD220 g/m² (x3) [T1]
avec gel coat - 250 cycles
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
50
100
150
200
250
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

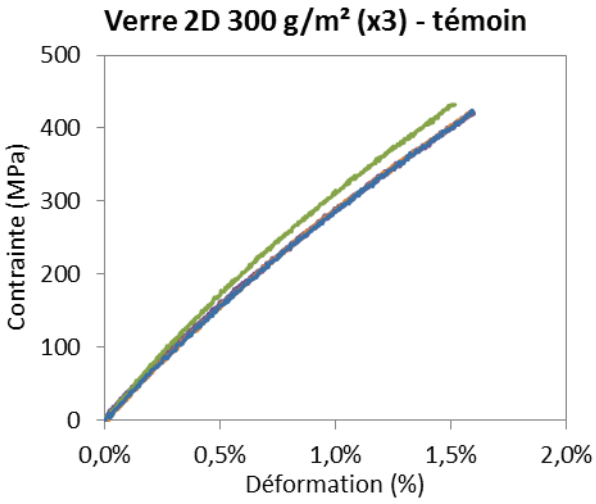

Lin UD220 g/m² (x3) [T2] - 0 cycles
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
50
100
150
200
250
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

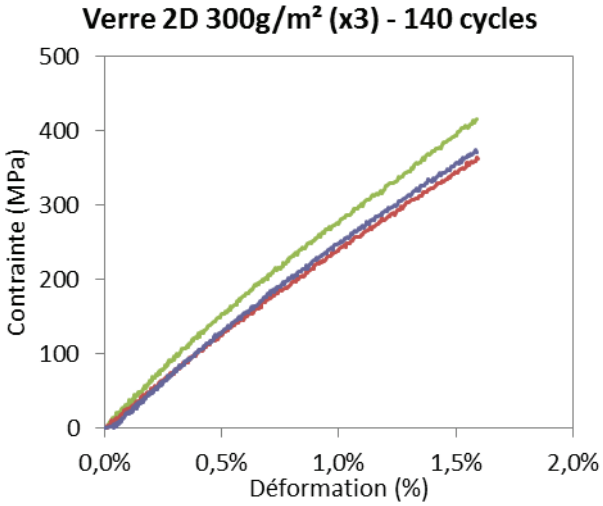

Lin UD220 g/m² (x3) [T2] - témoin
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
50
100
150
200
250
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

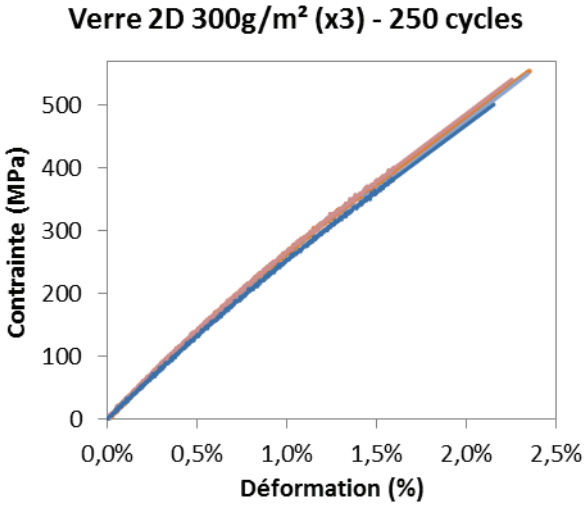

Lin UD220 g/m² (x3) [T2] - 140 cycles
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
50
100
150
200
250
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

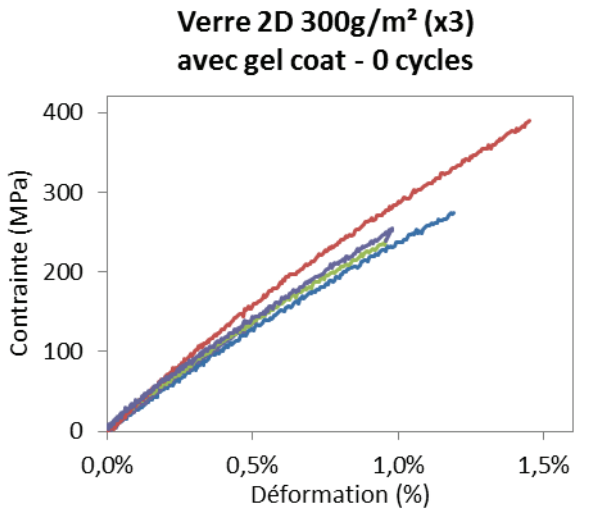

Lin UD220 g/m² (x3) [T2] - 250 cycles
Contrainte (MPa)
Déformation (%)
0
50
100
150
200
250
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%

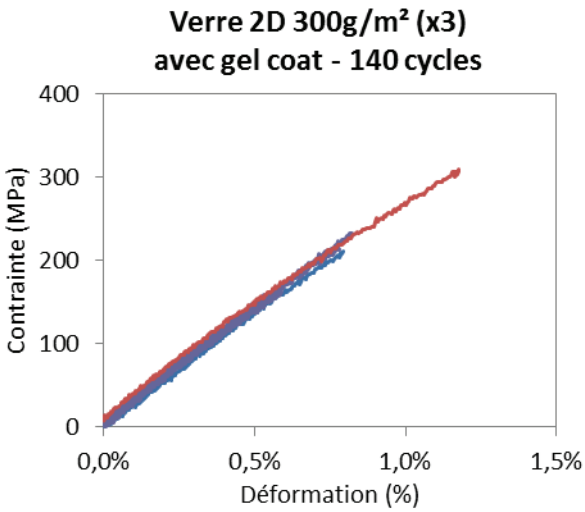

Verre 2D 300g/m² (x3) - 0 cycles
Contrainte (MPa)
500
400
300
200
100
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
Déformation (%)

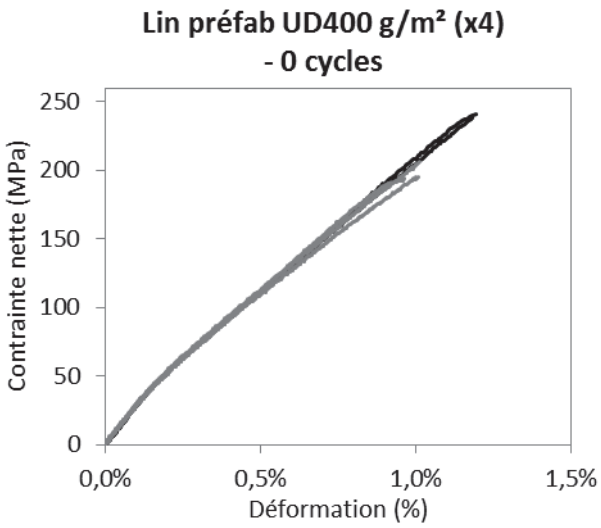

Verre 2D 300 g/m² (x3) - témoin
Contrainte (MPa)
500
400
300
200
100
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
Déformation (%)

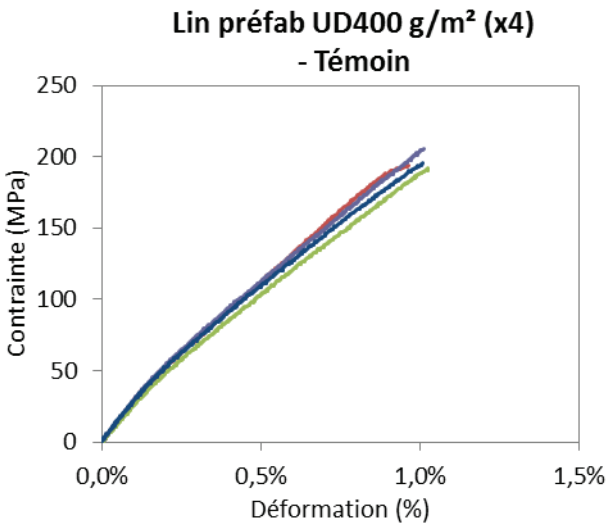

Verre 2D 300g/m² (x3) - 140 cycles
Contrainte (MPa)
500
400
300
200
100
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
Déformation (%)

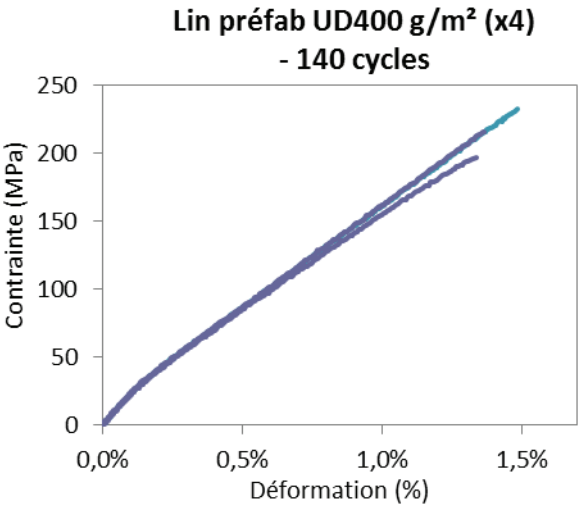

Verre 2D 300g/m² (x3) - 250 cycles
Contrainte (MPa)
500
400
300
200
100
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
2,5%
Déformation (%)

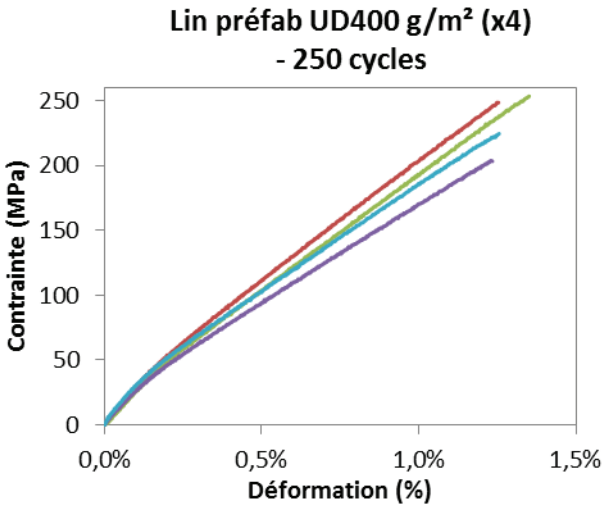

Verre 2D 300g/m² (x3)
avec gel coat - 0 cycles
Contrainte (MPa)
400
300
200
100
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)

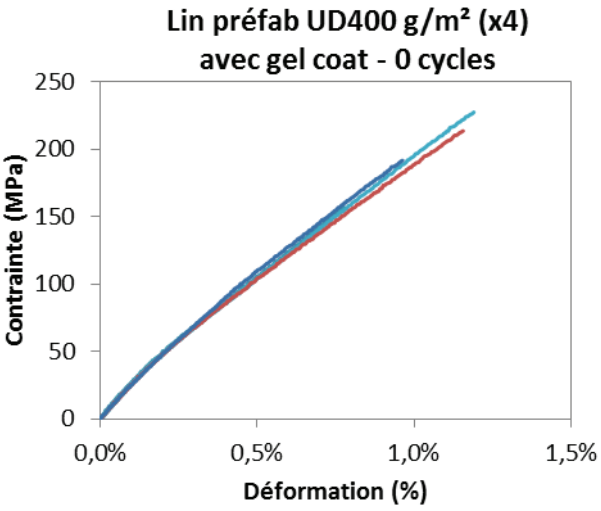

Verre 2D 300g/m² (x3)
avec gel coat - 140 cycles
Contrainte (MPa)
400
300
200
100
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)

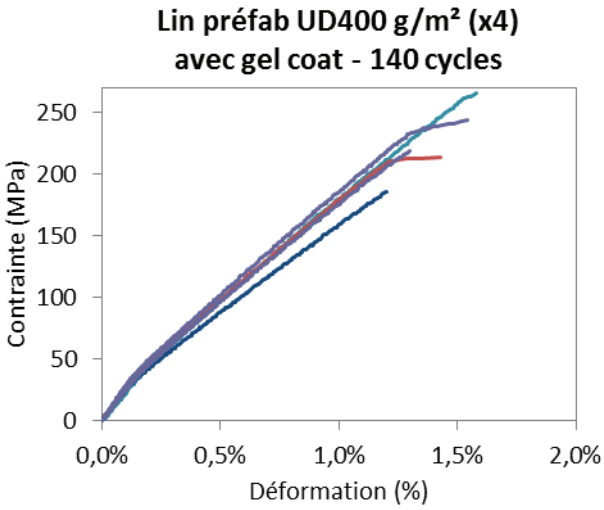

Lin préfab UD400 g/m² (x4)
- 0 cycles
Contrainte nette (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)


Lin préfab UD400 g/m² (x4)
- Témoin
Contrainte (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)

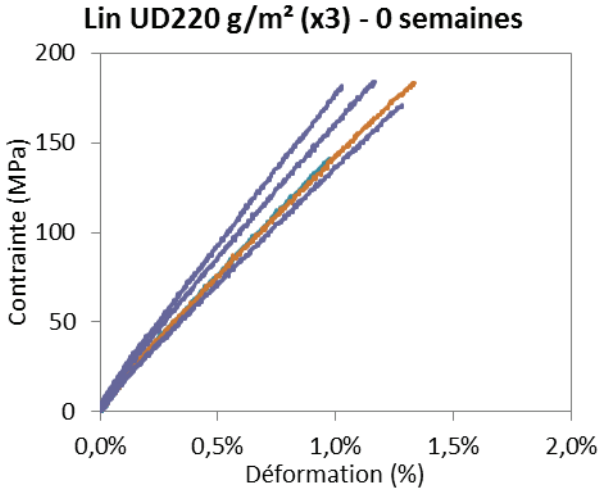

Lin préfab UD400 g/m² (x4)
- 140 cycles
Contrainte (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)

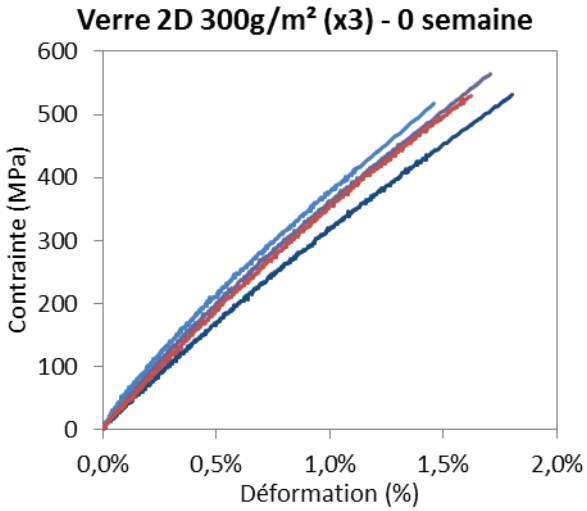

Lin préfab UD400 g/m² (x4)
- 250 cycles
Contrainte (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)

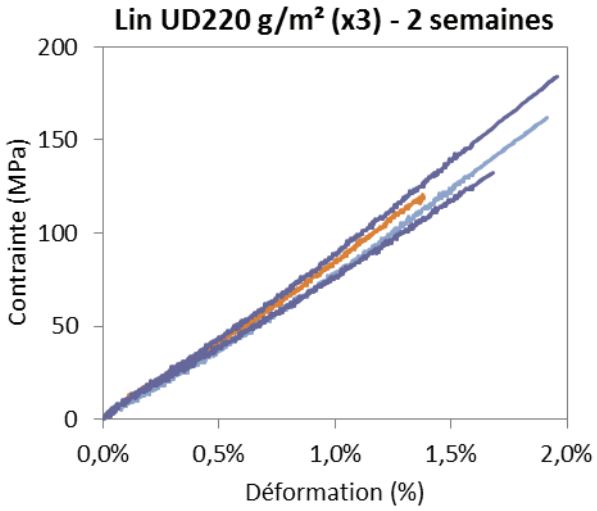

Lin préfab UD400 g/m² (x4)
avec gel coat - 0 cycles
Contrainte (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
Déformation (%)

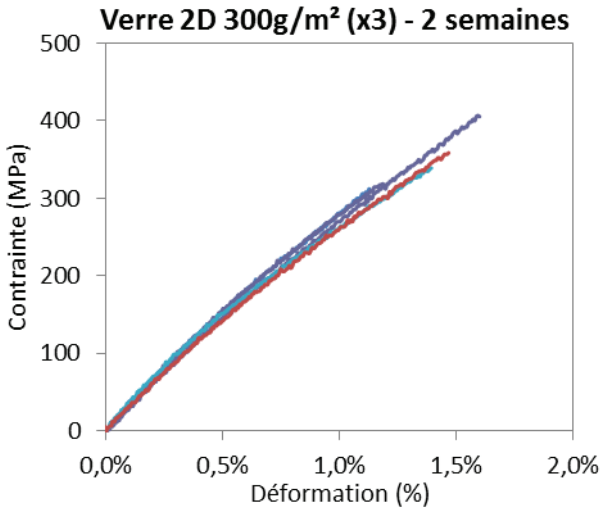

Lin préfab UD400 g/m² (x4)
avec gel coat - 140 cycles
Contrainte (MPa)
250
200
150
100
50
0
0,0%
0,5%
1,0%
1,5%
2,0%
Déformation (%)

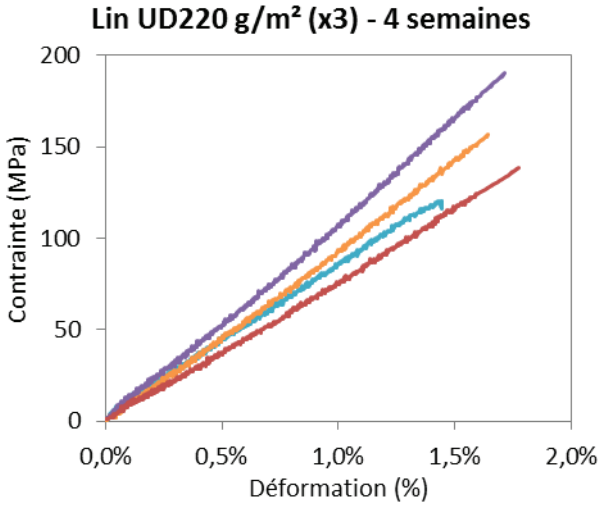
<u>ANNEXE 4</u> : Courbes contrainte-déformation (contraintes nettes) associées aux valeurs de la Partie III 4.1.2 (Tableau 61) – vieillissement hygrothermique à 70°C

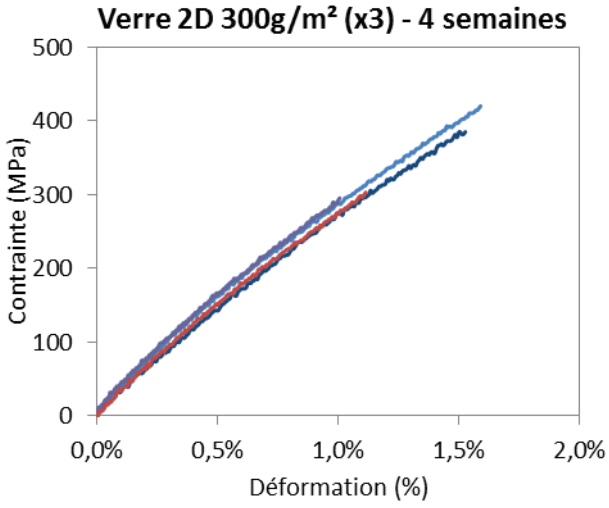












Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin - Application au renforcement de structures en béton par collage externe.

Thèse de Doctorat - Anne Hallonet

Afin de prolonger leur durée de vie et d'assurer la sécurité des usagers, les structures en béton peuvent nécessiter un renforcement au cours de leur durée de service. La technique de renforcement par collage externe, en surface, de composites renforcés de fibres de carbone, de verre ou d'aramide à l'aide de résines durcissant à température ambiante est largement employée pour son efficacité et sa facilité de mise œuvre. Toutefois l'utilisation à la fois de fibres synthétiques et de matrices polymères produit un impact écologique non négligeable. L'objectif de ce travail de recherche est d'examiner la possibilité d'utiliser des fibres de lin pour le renforcement externe de structures en béton. Les propriétés mécaniques spécifiques et le bilan environnemental avantageux des fibres de lin en font une alternative intéressante aux fibres de verre. Cependant leur origine naturelle conduit à une plus grande variabilité des propriétés, à un comportement en traction non linéaire et une sensibilité accrue à l'humidité. Les principaux objectifs du travail de thèse portent ainsi sur la sélection des matériaux et la mise en œuvre les plus adaptés, sur l'évaluation des performances du matériau et de son adhérence au support béton et sur une évaluation de la durabilité des propriétés du système.

Dans une première partie expérimentale deux méthodes de mise en œuvre du renfort à fibres de lin (stratification au contact et collage de lamelles rigides) sont développées et caractérisées. Des observations tomographies X confirment la bonne imprégnation des fibres et la cohésion des composites. Les essais de traction révèlent un comportement en traction bilinéaire comme décrit dans la littérature, avec des propriétés d'effort par largeur de bande comparables aux composites de renfort à fibres de verre. La caractérisation des interfaces composite/béton menée par tests de cisaillement à double recouvrement confirme une bonne adhérence qui se traduit par une rupture cohésive dans le substrat béton. La nature des fibres ne semble pas influencer le comportement de l'interface. Les systèmes de renforcement à fibres de lin sont donc capables de reprendre des efforts transmis par cisaillement de façon comparable aux matériaux de renfort à fibres de verre.

Dans une deuxième partie des essais exploratoires de durabilité ont ensuite été menés pour vérifier la pérennité des propriétés de ces deux composites de renfort dans un environnement de service. Un vieillissement accéléré artificiel en enceinte climatique est mis en place tandis que des composites à fibres de lin stratifié au contact sont exposés pendant un an à l'environnement extérieur. Un second vieillissement hygrothermique à 70°C est mené pendant 4 semaines. Les dégradations des propriétés des composites à fibres de lin sont comparables à celles de certains composites de renfort à fibres de verre. Malgré la nature hydrophile des fibres de lin, les premiers essais ne montrent pas de dégradations des propriétés qui rendraient le composite impropre à une utilisation comme renfort extérieur de structures en béton.

Mots-clés : renforcement béton armé, polymère renforcé par fibres de lin, FFRP, composite lin, durabilité.