

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

**ÉTUDE COMPARATIVE DU COMPORTEMENT À L'IMPACT ET EN
FATIGUE AVANT ET APRES IMPACT DE STRATIFIÉS À PLIS
UNIDIRECTIONNELS DE TYPE LIN/EPOXY ET VERRE/EPOXY**

**THÈSE PRÉSENTÉE COMME EXIGENCE PARTIELLE
DU DOCTORAT EN SCIENCES ET GÉNIE
DES MATÉRIAUX LIGNOCELLULOSIQUES**

PAR

SAMER EL KHOURY ROUPHAËL

MARS 2024

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire, de cette thèse ou de cet essai a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire, de sa thèse ou de son essai.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire, cette thèse ou cet essai. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire, de cette thèse et de son essai requiert son autorisation.

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET D'AÉROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016 modifié par l'Arrêté du 26 août 2022)

École Doctorale n°651 :

MIMME Mathématiques, Informatique, Matériaux, Mécanique, Energétique

Secteur de Recherche :

Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Samer EL KHOURY ROUPHAËL

ÉTUDE COMPARATIVE DU COMPORTEMENT À L'IMPACT ET EN FATIGUE AVANT ET APRES IMPACT DE STRATIFIÉS À PLIS UNIDIRECTIONNELS DE TYPE LIN/EPOXY ET VERRE/EPOXY

Directeurs de thèse : Fabienne TOUCHARD et Gilbert LEBRUN

Co-encadrant : Thuy-Quynh TRUONG-HOANG

Soutenue le 28 mars 2024

Devant la Commission d'Examen

Identification des membres du jury

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES
PROGRAMME 3148 – DOCTORAT EN SCIENCES ET GÉNIE DES
MATÉRIAUX LIGNOCELLULOSIQUES

Direction de recherche :

Gilbert Lebrun UQTR, Canada	directeur de recherche
--------------------------------	------------------------

Fabienne Touchard ISAE-ENSMA, France	codirectrice de recherche
---	---------------------------

Thuy-Quynh Truong-Hoang ESTACA, France	codirectrice de recherche
---	---------------------------

Jury d'évaluation

Gildas L'Hostis Université Haute Alsace, France	Président
--	-----------

Franck Toussaint Université Savoie Mont Blanc, France	Rapporteur
--	------------

Sébastien Joannès Mines de Paris, France	Rapporteur
---	------------

Marie-Laure Dano Université Laval, Canada	Examinatrice
--	--------------

Thèse soutenue le 28/03/2024

*« Lorsque nous allons au fond des choses,
nous découvrons toujours un étrange voile
qui cache les dernières facettes de l'énigme. »*

- José Rodriguez dos Santos, *La Formule de Dieu*

À mes très chers parents

Mona et Elias

*À vous, qui me motivez constamment depuis
mon enfance à poursuivre mes rêves à fond...*

Remerciements

Ces travaux de thèse en cotutelle ont été menés au sein du Pôle de Recherche Mécanique à l'ESTACA, du Département de Physique et Mécanique et d'Aérotechnique de l'Institut P' de l'ISAE-ENSMA, ainsi que du département de génie mécanique de l'UQTR.

Tout d'abord, je tiens à remercier Gildas L'Hostis d'avoir accepté de présider mon jury de thèse. Je tiens également à exprimer ma vive gratitude à Franck Toussaint et Sébastien Joannes d'avoir accepté d'être rapporteurs et Marie-Laure Dano d'examiner mon travail de thèse. Je remercie l'ensemble du jury de leur participation et à leurs questions, je suis ravi d'avoir eu l'opportunité de faire un échange particulièrement enrichissant au cours de ma soutenance !

Durant ces trois années de travail sur cette thèse, j'ai eu l'opportunité exceptionnelle d'être encadré par Fabienne Touchard, Gilbert Lebrun et Thuy-Quynh Truong-Hoang. Je vous remercie vivement de votre accueil, investissement, attention (sur le plan scientifique et humain) et disponibilité. Je vous remercie sincèrement pour tous les échanges réguliers (entre deux et parfois trois continents différents !) qui nous ont permis d'aboutir à ce travail de thèse. Merci de m'avoir fait confiance pour la réalisation de cette thèse, ce fut un véritable plaisir de travailler avec vous.

Qui dit thèse en cotutelle, dit une complexité administrative supplémentaire. Je tiens à remercier le support administratif à l'UQTR, l'ENSMA et l'ESTACA pour leur suivi continu. Je souhaite adresser un remerciement spécial à Sandrine Pioger (ESTACA) pour son dévouement et sa présence constante à mes côtés, m'aidant ainsi à naviguer à travers les complexités et les délais administratifs.

Aux supports techniques dans les différents établissements d'accueil, un grand merci de m'avoir accompagné pour la mise au point des essais expérimentaux et au cours de la préparation de mes matériaux ainsi que pour toutes mes interrogations...Je tiens à mentionner Raphaël Defossez de l'ESTACA et Isabelle Boulan, Sébastien Lagacé et Dany Lemay de l'UQTR. Un remerciement particulier est adressé à David Mellier (ENSMA)

pour son temps et ses efforts consacrés à l'obtention de très belles images microtomographiques !

Je souhaite exprimer ma reconnaissance envers mes collègues avec qui j'ai eu le plaisir de travailler au cours de ces années. Je remercie Amir Bernaoui (UQTR) qui m'a fait une formation exceptionnelle sur les équipements de fabrication des matériaux (renforts de lin et plaques composites), ainsi que Abdelhadi Blal et Abdelhadi Djilani pour leur support au sein du laboratoire de génie mécanique à l'UQTR. À tous les doctorants que j'ai rencontré à l'Institut P' à l'ESNMA, ça m'a fait grand plaisir de faire votre connaissance au cours de mes courts séjours à Poitiers... À mes très chers collègues à l'ESTACA, qui sont devenus plutôt des amis, un énorme merci à Ali, Ameni, Bachar, Jamila, Sondoss, François, Laurane, Aissam, Robin...vous étiez ma famille loin de chez moi. Merci pour tous nos échanges scientifiques, humains et culturels et pour les agréables moments que nous avons passés ensemble... Je vous souhaite à tous une super belle continuation et une suite de carrière exceptionnelle !

Pour leur sincère amitié et confiance, un merci du fond de mon cœur à mes très chers ami(e)s en particulier Elie, Céline, Walid, Mélissa, Marie-Thérèse, Liliane, Rony qui ont été toujours mon système de support inconditionnel. Je tiens également à remercier tous les membres de ma grande famille pour votre soutien indéfectible. Je remercie sincèrement Almass, Lewis, Nazira et Sami qui m'ont accueilli chaleureusement et généreusement en me considérant un membre de leurs familles dès mon arrivée au Québec lorsque le monde semblait surréel...

Enfin et surtout, je souhaite adresser un immense merci à mes très chers parents, Mona et Elias, mes piliers depuis que j'ai vu le jour. Vous avez tout sacrifié pour moi, n'épargnant ni santé ni efforts pour m'assurer une éducation de valeur dont je suis fier, et je vous en suis éternellement reconnaissant. Votre soutien, accompagnement et tous vos encouragements ont été une source d'inspiration constante...Les mots ne suffiront jamais à exprimer ma gratitude. J'espère que vous serez toujours fiers de moi.

Merci pour toute personne que j'ai maladroitement oubliée...

Résumé

Ces travaux de thèse sont réalisés dans un contexte écologique avec l'objectif de développer de nouveaux biocomposites. Les renforts de lin utilisés ont été préparés selon un procédé inspiré de l'industrie papetière. Chaque pli du composite était constitué d'un renfort unidirectionnel à fils de lin retenus entre eux par une fine couche mat de lin agissant comme liant. La projection par centrifugation de fibres courtes de lin sur la couche de fils continus a permis de maintenir les fils parallèles les uns aux autres, sans recourir à de la couture ou du tissage. De plus, pour certains échantillons, le procédé de fibrillation de surface, également issu de l'industrie papetière, a été appliqué sur les fibres courtes avant leur projection. L'objectif de la thèse est d'étudier le comportement à l'impact et en fatigue avant et après impact des composites stratifiés lin/époxy faits du renfort décrit ci-dessus. Une comparaison systématique avec des stratifiés verre/époxy est également effectuée. Deux séquences d'empilement ont été testées : unidirectionnelle $[0]_8$ et croisée $[0/90]_{2S}$. Des essais d'impact à plusieurs niveaux d'énergie ont tout d'abord été réalisés sur les différents matériaux de l'étude. Les endommagements post-mortem ont été analysés par observation visuelle et par microtomographie. Les résultats ont montré que les deux séquences d'empilement des stratifiés lin/époxy ont une résistance à l'impact légèrement différente et absorbent plus d'énergie que leurs homologues en verre/époxy. Un modèle d'impact par éléments finis a également été développé, permettant, dans une première approche, de retrouver la distribution des endommagements dans l'épaisseur du stratifié. Par la suite, des essais de traction et de fatigue cyclique, de type traction-traction, ont été effectués avant et après impact à 5J. Il a été montré qu'après l'impact la contrainte à la rupture en traction des composites lin/époxy diminue de 25% pour les $[0]_8$ et de 28% pour les $[0/90]_{2S}$, alors qu'elle reste sensiblement la même pour les composites verre/époxy. Les courbes de Wöhler (S-N) caractérisant le comportement en fatigue ont mis en évidence une meilleure tenue en fatigue pour le stratifié $[0/90]_{2S}$ de lin/époxy que pour l'unidirectionnel. Toutefois, pour une valeur de contrainte donnée, la durée de vie en fatigue est plus élevée pour le composite $[0]_8$. Un modèle phénoménologique de fatigue a été appliqué, permettant de prédire de manière satisfaisante la durée de vie en fatigue des stratifiés après impact. Par ailleurs, un suivi des endommagements via des essais interrompus couplés à la microtomographie a permis d'analyser les mécanismes mis en

jeu. Enfin, des essais de traction jusqu'à la rupture ont également été réalisés sur les éprouvettes ayant subi un million de cycles de fatigue sans casser. Les propriétés en traction post-fatigue des stratifiés croisés lin/époxy impactés se sont révélées similaires aux propriétés initiales des essais de traction quasi-statique après impact.

Mots-clés

Composites à fibres naturelles, fibres de lin, fibres de verre, fibrillation de surface, impact à basse vitesse, traction, fatigue, durée de vie, modèle phénoménologique, simulation numérique, endommagements, microscopie électronique à balayage, microtomographie à rayons X

Abstract

This study is conducted in an ecological context with the aim of developing new biocomposites. The flax reinforcements used in this work were prepared with a process inspired by the paper industry. Each ply of the composite consisted of a layer of continuous flax yarns maintained by a thin layer of flax mat used as binder. The centrifugal projection of short flax fibres onto the layer of continuous yarns enabled the yarns to be maintained parallel to each other without the need for sewing or weaving. In addition, for some samples, the surface fibrillation process, which is also a process used in the paper industry, was applied to the short flax fibres before they were projected. The objective of this thesis is to study the impact and fatigue behaviour before and after impact of the flax/epoxy composite laminates made of the reinforcement described above. A systematic comparison with glass/epoxy laminates was also carried out. Two stacking sequences were tested: unidirectional $[0]_8$ and cross-ply $[0/90]_{2s}$. Low velocity impact tests at several energy levels were first applied on the different materials. Post-mortem damage analyses were performed by visual inspections and by microtomography. The results showed that the two stacking sequences of flax/epoxy laminates had a slightly different impact resistance and absorbed more energy than their glass/epoxy counterparts. A finite-element impact model was also developed, enabling, in a preliminary approach, to retrieve the damage distribution across the thickness of the laminate. Subsequently, tensile tests and cyclic (tension-tension) fatigue tests were carried out on non-impacted and impacted samples at 5J. It was shown that impacted flax/epoxy laminates exhibited a decrease in their ultimate tensile strength of 25% for the $[0]_8$ and 28% for the $[0/90]_{2s}$, while it remained almost unchanged for glass/epoxy laminates. The Wöhler (S-N) curves characterising the fatigue behaviour showed that the $[0/90]_{2s}$ flax/epoxy laminate performed better than the unidirectional one. However, for a given stress value, the fatigue life is longer for the $[0]_8$ composite. A phenomenological fatigue model was applied, enabling a satisfying prediction of the fatigue life of the laminates after impact. Moreover, damage monitoring through interrupted tests coupled with microtomography enabled the analysis of the damage mechanisms involved. Finally, tensile tests up to fracture were conducted on specimens that had undergone one million fatigue cycles without failure. The post-fatigue tensile properties of the impacted cross-ply flax/epoxy laminates were found to be similar to their initial tensile properties just after impact.

Keywords

Natural fibre composites, flax fibres, glass fibres, surface fibrillation, low velocity impact, traction, fatigue, service life, phenomenological model, numerical simulation, damage, scanning electron microscopy, X-ray microtomography.

Table des matières

Remerciements.....	v
Résumé.....	vii
Abstract.....	ix
Table des matières.....	x
Liste des figures.....	xiv
Liste des tableaux.....	xxi
Liste des abréviations.....	xxiii
Introduction Générale.....	1
Chapitre I Etat de l'art.....	3
1.1 Une brève histoire des Composites.....	4
1.2 De l'intérêt des biocomposites.....	5
1.2.1 Les différents types de fibres végétales.....	5
1.2.2 Avantages et limitations des fibres naturelles pour les composites.....	6
1.2.3 La fibre de lin.....	7
1.2.4 Différentes applications courantes et potentielles.....	11
1.2.5 Architecture du renfort.....	12
1.2.6 Problématique.....	15
1.3 Comportement à un impact à basse vitesse.....	16
1.3.1 Etude de l'impact sur des stratifiés lin/époxy.....	16
1.3.2 Technique de la tour de chute.....	17
1.3.3 L'analyse des endommagements.....	21
1.4 Comportement en traction quasi-statique.....	24
1.4.1 Généralités.....	24
1.4.2 Influence d'un impact à basse vitesse sur le comportement en traction.....	26
1.5 Comportement en fatigue (traction-traction) et influence d'un impact.....	30
1.5.1 Paramètres et influence sur la durée de vie en fatigue.....	30
1.5.2 Courbes de Wöhler.....	34
1.5.3 Comparaison avec des composites à fibres de verre.....	35

1.5.4 La résistance en traction, un indicateur de durabilité ?	37
1.5.5 Fatigue post-impact.....	38
1.5.6 Modélisation analytique des courbes S-N.....	40
1.5.7 Analyse des endommagements	43
Bilan sur l'état de l'art	46
Chapitre II Matériaux et techniques appliquées.....	47
2.1 Matériaux étudiés.....	48
2.1.1 Renforts de lin.....	48
2.1.2 Renfort à fibres de verre.....	52
2.1.3 Résine époxy	52
2.1.4 Moulage par Transfert de Résine (RTM).....	53
2.1.5 Propriétés physiques des composites et techniques de mesure	55
2.2 Dispositifs des essais mécaniques.....	58
2.2.1 Essais d'impact à l'UQTR	58
2.2.2 Essais d'impact à l'ESTACA.....	59
2.2.3 Essais de traction avant et après impact.....	61
2.2.4 Essais de fatigue avant et après impact	62
2.2.5 Géométrie des éprouvettes, usinage et nombre de répétitions	69
2.3 Techniques pour analyser l'endommagement.....	73
2.3.1 Microscopie électronique à balayage	73
2.3.2 Microtomographie.....	74
Bilan du Chapitre II	77
Chapitre III Résistance à l'impact et comportement en traction.....	78
3.1 Tenue à l'impact à basse vitesse et effet de la fibrillation	79
3.1.1 Force d'impact	79
3.1.2 Déplacements maximal et permanent	82
3.1.3 Absorption d'énergie.....	86
3.1.4 Analyse des endommagements externes.....	88
3.1.5 Analyse des endommagements internes par microtomographie	93
3.2 Réponse en traction quasi-statique.....	97

3.2.1	Courbes contrainte-déformation	97
3.2.2	Comparaison des propriétés spécifiques	103
3.2.3	Modes de rupture	104
3.3	Modèle numérique d'un impact sur lin/époxy	106
3.3.1	Description du modèle	106
3.3.2	Résultats	109
	Bilan du Chapitre III	113
Chapitre IV Etude du comportement en fatigue avant impact		114
4.1	Choix des niveaux de contraintes	115
4.2	Courbes de Wöhler	116
4.2.1	Nombre de cycles à la rupture	116
4.2.2	Courbes S-N	118
4.2.3	Courbes S-N avec les contraintes normées	121
4.2.4	Comparaison des courbes S-N avec la littérature	122
4.3	Modèle phénoménologique	123
4.3.1	Détermination des paramètres	123
4.3.2	Courbes S-N	126
4.3.3	Influence des paramètres R et f	127
4.4	Évolution des propriétés mécaniques au cours de la fatigue	129
4.4.1	Boucles d'hystérésis	129
4.4.2	Déformations maximale et minimale	130
4.4.3	Module sécant	133
4.5	Mécanismes d'endommagement	137
4.5.1	Microtomographie à rayons X	137
4.5.2	Microscopie électronique à balayage	138
4.6	Propriétés résiduelles	142
4.6.1	Courbes de traction après fatigue	142
4.6.2	Contrainte à la rupture résiduelle après fatigue	143
4.6.3	Module d'Young résiduel après fatigue	144
4.6.4	Déformation à la rupture résiduelle après fatigue	145

Bilan du Chapitre IV	147
Chapitre V Influence d'un impact à basse vitesse sur la durée de vie en fatigue	149
5.1 Essais de traction post-impact.....	150
5.1.1 Détermination de la largeur des éprouvettes	150
5.1.2 Courbes de traction après impact	152
5.1.3 Contrainte à la rupture.....	152
5.1.4 Module élastique	154
5.1.5 Déformation à la rupture	154
5.1.6 Rupture en traction.....	156
5.2 Durée de vie en fatigue post-impact	158
5.2.1 Niveaux de contraintes.....	158
5.2.2 Courbes S-N.....	158
5.2.3 Applicabilité du modèle phénoménologique	162
5.3.1 Déformations maximale et minimale	165
5.3.2 Module sécant	166
5.4 Suivi de l'endommagement par microtomographie	168
5.5 Propriétés résiduelles après fatigue.....	170
5.5.1 Courbes de traction avant et après fatigue	170
5.5.2 Contrainte à rupture résiduelle après fatigue	171
5.5.3 Module d'Young résiduel après fatigue.....	172
5.5.4 Déformation à la rupture résiduelle après fatigue	173
Bilan du Chapitre V	175
Conclusion et perspectives.....	177
Annexe A	180
Communications et publications scientifiques.....	186
Références.....	187

Liste des figures

Figure 1.1 – Enchaînement chronologique de l’industrialisation des matériaux composites (d’après [Verpoest 2022; Baley et al. 2021]).	4
Figure 1.2 – Structure multi-échelle du lin. (a) Une coupe transverse d’une tige de lin adaptée de [Dr Keith Wheeler 2020], (b) et (c) figures adaptées de la publication de [Baley 2002] représentant un faisceau de fibres de lin et la structure d’une fibre élémentaire correspondante, respectivement.	7
Figure 1.3 – Diagramme de Ashby pour les grandes familles de fibres végétales et les fibres synthétiques [Shah 2013].	9
Figure 1.4 – Comparaison des propriétés absolues et spécifiques en traction de composites renforcés de fibres végétales (PFRPs : Plant Fiber Reinforced Plastics) et de fibres de verre (GFRPs : Glass Fiber Reinforced Plastics) [Shah 2014].	10
Figure 1.5 – Parts du marché mondial des biocomposites par utilisation finale, 2022 – Figure adaptée de [Orion Market Research 2022].	11
Figure 1.6 – Différentes applications des composites à fibres de lin dans (a) l’énergie éolienne [JEC 2021], (b) la construction [Hallier 2022], (c) et (d) l’automobile [Porsche Newsroom 2020; Innovation in Textiles 2018].	12
Figure 1.7 - Renfort de lin UD-mat fabriqué dans les laboratoires du I2E3 et du Département de génie mécanique de l’UQTR.	13
Figure 1.8 – Effet microscopique de la fibrillation de surface de fibres de lin vu par MEB. Images adaptées des travaux de Bernaoui et al. [Bernaoui et al. 2022] à gauche : fibres non fibrillées et à	14
Figure 1.9 - Exemple d’endommagements internes suite à un impact à basse vitesse d’un composite renforcé de fibres de carbone [Wronkowicz-Katunin et al. 2021].	16
Figure 1.10 – Courbe force-temps obtenue pour un composite lin/époxy $[0/90]_{2S}$ lors d’un impact à 5J.	18
Figure 1.11 – Courbe force-déplacement obtenue pour un composite lin/époxy $[0/90]_{2S}$ lors d’un impact à 5J.	19
Figure 1.12 – Courbe énergie-temps obtenue pour un composite lin/époxy $[0/90]_{2S}$ lors d’un impact à 5J.	20
Figure 1.13 – Endommagements des éprouvettes de composites à renforts de lin : a) face arrière pour un lin UD-mat époxy [Habibi et al. 2019b], b) face frontale et face arrière pour un lin UD époxy [Sy et al. 2018].	22
Figure 1.14 – Observations (a) et (b) microscopiques et (c) par microtomographie des endommagements d’éprouvettes de stratifiés impactés de : (a) lin/époxy [Sy et al. 2018], (b) lin/PLA-PP [Fischer et al. 2019] et (c) verre/polyester [Shyr and Pan 2003].	23
Figure 1.15 – Valeurs rapportées de la littérature de (a) la rigidité et de (b) la contrainte à rupture des UD de lin-époxy en fonction du V_f . - Résultats regroupés à partir des articles de revue de [Baley et al. 2021; Rahman 2021].	24
Figure 1.16 – Courbes contrainte-déformation des composites UD de (a) lin/époxy [Saadati et al. 2020] et (b) lin/Elium [Haggi et al. 2019] montrant un comportement bilinéaire.	25
Figure 1.17 – Evolution du module élastique résiduel en fonction de l’énergie d’impact pour un composite mat lin/époxy [Habibi et al. 2018].	27

Figure 1.18 – Evolution de la contrainte résiduelle en fonction de l'énergie d'impact pour un composite UD-mat lin/époxy unidirectionnel [Habibi et al. 2019b].....	27
Figure 1.19 – Evolution des propriétés résiduelles en traction : (a) contrainte à la rupture et (b) module élastique résiduel en fonction de l'énergie d'impact pour des composites verre/polyester [0/90] _{2s} [Yuanjian and Isaac 2008].	28
Figure 1.20 – Evolution des propriétés résiduelles en traction : (a) contrainte à la rupture et (b) module d'élasticité en fonction de l'énergie d'impact pour des composites de chanvre mat/polyester en comparaison avec des composites verre/polyester [±45] ₄ [Yuanjian and Isaac 2007].	29
Figure 1.21 – Evolution des propriétés résiduelles en traction : (a) contrainte à la rupture et (b) module d'élasticité en fonction de l'énergie d'impact pour des composites tissés chanvre/époxy [0/90] ₇ [de Vasconcellos et al. 2014a].	29
Figure 1.22 – Représentation de la variation sinusoïdale de la charge au cours d'un cycle d'essai de fatigue, traction-traction uniaxiale [Liang 2013].	30
Figure 1.23 – Influence du rapport de charge sur la durée de vie en fatigue pour : (a) un composite UD de lin/polyester [Shah et al. 2013] et (b) un mat de chanvre/polyester [Shahzad and Isaac 2014].	31
Figure 1.24 – Courbes de Wöhler pour des composites lin/époxy à R = 0,1 et f = 5 Hz pour différentes architectures et orientations de renfort : (a) étude de Liang [Liang et al. 2014a] et (b) Bensadoun et al. [Bensadoun et al. 2016].....	33
Figure 1.25 – Représentation d'une courbe typique de fatigue, nommée courbe S-N ou courbe de Wöhler [Karaoui 2001].	34
Figure 1.26 – Courbes S-N pour des composites lin/époxy (rouge) et verre/époxy (bleu) pour les configurations [0/90] _{3s} et [±45] _{3s} respectivement avec les contraintes absolues (figures a et b) et spécifiques (figures c et d). - Figures adaptées de [Liang et al. 2012].	35
Figure 1.27 – Evolution de l'énergie dissipée des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour différents niveaux de chargement en fatigue : (a) lin/époxy [0/90] _{3s} , (b) verre/époxy [0/90] _{3s} , (c) lin/époxy [±45] _{3s} et (d) verre/époxy [±45] _{3s} [Liang 2013].	36
Figure 1.28 – Evolution du module sécant des éprouvettes lin/époxy (notées F) et verre époxy (notées G) pour différents niveaux de chargement en fatigue : (a) [0/90] _{3s} et (b) [±45] _{3s} [Liang et al. 2012].	37
Figure 1.29 – Diagramme d'Ashby pour les composites à fibres naturelles fabriqués par différents procédés, représentant la contrainte à rupture en traction en fonction de la résistance en fatigue pour au moins 10 ⁶ cycles [Shah 2014].	38
Figure 1.30 – Courbes S-N avec contraintes normalisées par rapport à la contrainte à rupture en traction du matériau non-impacté ou impacté pour les composites : (a) verre/polyester [0/90] _{2s} , (b) verre/polyester [±45] ₄ et (c) mat de chanvre/polyester [Yuanjian and Isaac 2007; Yuanjian and Isaac 2008].	39
Figure 1.31 – Courbes S-N pour des éprouvettes de composites tissés [0/90] ₇ de type chanvre/époxy. Application du modèle d'Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] pour (a) des éprouvettes non-impactées et impactées à 5J et (b) pour prédire la durée de vie en fatigue après des impacts à 2.5J, 5J et 10J [de Vasconcellos et al. 2014a].	40
Figure 1.32 – Exemples d'application du modèle d'Epaarachchi et Clausen pour des composites à fibres de verre. (a) Influence du rapport de charge R et (b) de la fréquence de sollicitation [Epaarachchi and Clausen 2003].	43

Figure 1.33 – Images MEB de faciès de rupture de stratifiés lin/époxy testés en fatigue à 45% de la contrainte σ_r pour des stratifiés [0/90] (figures a et b) et [±45] (figures c et d) [Seghini et al. 2020].	44
Figure 1.34 – Images MEB de la section d’une éprouvette lin/époxy à différents stades d’un essai de fatigue à 70% de la contrainte σ_r pour un composite lin/époxy [0] ₁₆ : (a) à 1/3 de N_f , (b) à 2/3 de N_f et (c) après rupture et pour un composite [±45] _{4s} : (d) à 1/3 de N_f , (e) à 2/3 de N_f et (f) après rupture [El Sawi et al. 2014].	45
Figure 1.35 - Images faites par microtomographie : (a) Éprouvette chanvre/époxy [±45] ₇ après rupture en fatigue à 75% de σ_r [de Vasconcellos 2013] et (b) Éprouvette chanvre/époxy [0/90] ₇ après rupture en fatigue à 80% de σ_r après conditionnement dans l’eau [Barbière 2020].	45
Figure 2.1 – Procédé de fibrillation de surface (raffinage) : (a) mélange eau-fibres courtes de lin dans le désintégrateur, (b) feuille épaisse de fibres courtes obtenu à l’aide de la formette statique, (c) raffineur PFI, (d) morceaux de la feuille des fibres de lin placés sur la surface du stator. – Images adaptées de la publication de [Bernaoui et al., 2022]	49
Figure 2.2 – Procédé de fabrication du renfort lin UD-mat : (a.1) bobine de lin, (a.2) fibres courtes de lin (b) système d’alignement, (c) formette dynamique, (d) rouleau séchoir, (e) renfort de lin UD-mat.	51
Figure 2.3 – Mats de fibres courtes : (a) non-fibrillées et (b) fibrillées.	52
Figure 2.4 – Renfort UD de verre.	52
Figure 2.5 – Montage de moulage par RTM des composites à l’UQTR.	54
Figure 2.6 – Thermogramme de DSC obtenu sur un échantillon de résine-durcisseur.	58
Figure 2.7 – Dispositif des essais d’impact préliminaires à l’UQTR : a) la tour de chute Instron CEAST 9350 et le système d’acquisition de données, b) l’impacteur et le système de support d’échantillon.	59
Figure 2.8 – Dispositif des essais d’impact à l’ESTACA : (a) Tour de chute Imatek, (b) le système d’ancrage.	61
Figure 2.9 – Dispositif des essais de fatigue et de traction avec (a) la machine servo-hydraulique Instron 8801 munie d’une cellule de 100 kN et (b) une éprouvette lin/époxy munie d’un extensomètre de 12,5 mm de longueur de jauge.	62
Figure 2.10 – Boucle d’hystérésis du cycle $N = 10$ d’une éprouvette LUM0S testée en fatigue à 80% σ_R .	63
Figure 2.11 – Mesure de la déformation par le déplacement de la traverse et par un extensomètre pour des éprouvettes (a) LUM0S et (b) LUM090S non-impactées en fatigue à $\sigma_{max} = 0,8 \sigma_R$.	64
Figure 2.12 – Courbes d’évolution de la déformation maximale relative et de la déformation maximale calculée à partir du déplacement de la traverse pour les trois niveaux de charge en fatigue sur des éprouvettes non-impactées de : (a), (b) et (c) LUM0S et (d), (e) et (f) LUM090S.	65
Figure 2.13 – Eprouvettes de lin/époxy rompues, testées en fatigue à 80% σ_R avec un extensomètre à couteaux.	66
Figure 2.14 – Mesure de la température d’une éprouvette VUD0 à l’aide d’un thermocouple.	67
Figure 2.15 – Courbes d’évolution de la variation de température à la surface des éprouvettes testées en fatigue à 80% σ_R .	68
Figure 2.16 – Schéma géométrique d’une éprouvette impactée avec les lignes de découpe (en rouge) d’une éprouvette destinée à l’essai mécanique post-impact.	72
Figure 2.17 – Exemple d’observation au MEB d’un faciès de rupture d’une éprouvette LUM0S, rompue en fatigue à 80% de σ_R .	73

Figure 2.18 – Processus d’acquisition et de reconstruction d’images RX pour l’obtention d’une carte tridimensionnelle [Landis and Keane 2010].	74
Figure 2.19 – Le microtomographe UltraTom CT Scanner de l’Institut PPRIME.....	75
Figure 2.20 – Reconstruction 3D obtenue par microtomographie sur une éprouvette LUM0S..	76
Figure 2.21 – Identification de la porosité dans un stratifié LUM0S par segmentation. (a) Image non-traitée, (b) image en cours de segmentation, (c) image résultante permettant la quantification de la porosité.....	76
Figure 3.1 – Courbes force-temps des stratifiés de lin/époxy avec et sans fibrillation pour chaque énergie d’impact : (a) LUM0S, (b) LUM0F, (c) LUM090S et (d) LUM090F.....	79
Figure 3.2 – Courbes force-temps des stratifiés de verre/époxy pour chaque énergie d’impact : (a) VUD0 et (b) VUD090.....	81
Figure 3.3 – Force maximale atteinte lors des essais d’impact à différents niveaux d’énergie pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy (a) $[0]_8$ et (b) $[0/90]_{2S}$	82
Figure 3.4 – Courbes force-déplacement lors des essais d’impact sur les stratifiés de lin/époxy avec et sans fibrillation pour chaque niveau d’énergie appliqué : (a) LUM0S, (b) LUM0F, (c) LUM090S et (d) LUM090F.....	84
Figure 3.5 – Courbes force-déplacements lors des essais d’impact sur les stratifiés de verre/époxy pour chaque niveau d’énergie appliqué : (a) VUD0 et (b) VUD090	85
Figure 3.6 – Déplacements permanents mesurés lors des tests d’impact pour chaque niveau d’énergie appliqué pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy : (a) $[0]_8$ et (b) $[0/90]_{2S}$	86
Figure 3.7 – Energie absorbée lors des tests d’impact pour chaque niveau d’énergie appliqué pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy : (a) $[0]_8$ et (b) $[0/90]_{2S}$	86
Figure 3.8 – Taux d’énergie absorbée pour les stratifiés de : (a) lin/époxy standard, (b) lin/époxy avec fibrillation et (c) verre/époxy.	87
Figure 3.9 – Face frontale des éprouvettes impactées : (a) LUM0S et LUM090S, (b) LUM0F et LUM090F, (c) VUD0 et VUD090.	89
Figure 3.10 – Face arrière des éprouvettes impactées : (a) LUM0S et LUM090S, (b) LUM0F et LUM090F, (c) VUD0 et VUD090.	90
Figure 3.11 – Images par microtomographie d’éprouvettes LUM0S et LUM0F impactées à 5 J et à 8 J, dans les plans : (a) (Y-Z) et (X-Z)	94
Figure 3.12 – Images par microtomographie d’éprouvettes LUM090S et LUM090F impactées à 5 J et à 8 J, dans les plans : (a) (Y-Z) et (X-Z).....	95
Figure 3.13 – Vues 2D et 3D des endommagements détectés après impact à 5J des éprouvettes de lin/époxy (a) LUM0S et (b) LUM090S	96
Figure 3.14 – Courbes de traction quasi-statique pour des éprouvettes unidirectionnelles à 0° LUM0S (en rouge) et VUD0 (en bleu)	98
Figure 3.15 – Courbes de traction quasi-statique pour des éprouvettes unidirectionnelles à 90° : LUM90S (en rouge) et VUD90 (en bleu).	100
Figure 3.16 – Courbes de traction quasi-statique pour des éprouvettes croisées $[0/90]_{2S}$: LUM090S (en rouge) et VUD090 (en bleu).	102
Figure 3.17 – Propriétés mécaniques spécifiques en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy en considérant les types d’empilement : $[0]_8$, $[0/90]_{2S}$ et $[90]_8$	104
Figure 3.18 – Éprouvettes rompues en traction quasi-statique pour les stratifiés de (a) lin/époxy et (b) verre/époxy.	105
Figure 3.19 – (a) Représentation du modèle numérique et (b) maillage de la plaque.....	106
Figure 3.20 – Représentation d’un élément coque continue SC8R.....	107

Figure 3.21 – Comparaison des courbes d’impact obtenues numériquement et expérimentalement pour du LUM0S impacté à 5 J : (a) force-temps et (b) déplacement-temps.	110
Figure 3.22 – Comparaison de l’évolution de l’énergie cinétique de l’impacteur avec le temps.	110
Figure 3.23 – Champs de contrainte modélisés par éléments finis pour du LUM0S impacté à 5 J, pour $t = 3\text{ms}$: (a) contraintes dans la direction des fibres (S_{11}), (b) contraintes dans la direction transverse aux fibres (S_{22}).	111
Figure 3.24 – Endommagements prédits par le critère de Hashin dans le modèle numérique pour le LUM0S impacté à 5J, au temps $t = 3\text{ms}$. (a) endommagement matriciel, (b) endommagement de cisaillement.	112
Figure 4.1 – Niveaux de contraintes maximales fixés pour les essais de fatigue, représentés sur les courbes $\sigma/\sigma_R - \varepsilon$ en traction, pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090	115
Figure 4.2 – Courbes S-N, avec σ_{\max} en ordonnées, pour les éprouvettes (a) LUM0S et LUM090S, et (b) VUD0 et VUD090.	119
Figure 4.3 – Courbes S-N avec contrainte normée, pour les (a) LUM0S et VUD0, et les (b) LUM090S et VUD090.	121
Figure 4.4 – Comparaison des courbes S-N de composites lin/époxy obtenues dans cette thèse (« Roupbaël ») avec les médianes de courbes S-N issues de la littérature (« M&B » d’après [Mahboob and Bougherara 2018]).	122
Figure 4.5 – Algorithme de détermination des deux paramètres α et β	124
Figure 4.6 – Régressions linéaires pour la détermination des paramètres α et β pour les composites lin/époxy : (a) LUM0S et (b) LUM090S, et verre/époxy : (c) VUD0 et (d) VUD090.	125
Figure 4.7 – Courbes S-N construites en utilisant le modèle phénoménologique et comparaison avec les données expérimentales pour les éprouvettes (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	126
Figure 4.8 – Effet de la variation du rapport de charge sur la durée de vie en fatigue prédite par le modèle phénoménologique pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	127
Figure 4.9 – Effet de la variation de la fréquence sur la durée de vie en fatigue prédite par le modèle phénoménologique pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	128
Figure 4.10 – Boucles d’hystérésis pour des éprouvettes sollicitées en fatigue à $\sigma_{\max}=60\%\sigma_R$ pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	130
Figure 4.11 – Evolution de la déformation maximale (traits pleins), et de la déformation minimale (traits pointillés) en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	131
Figure 4.12 – Evolution de la déformation maximale des éprouvettes LUM0S testées à $60\%\sigma_R$: (a) courbes extrêmes (haut et bas) et courbe moyenne, (b) détail de la courbe moyenne entre 0,4 et 0,6 N/N_F	133
Figure 4.13 – Evolution du module sécant en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	134
Figure 4.14 – Images par microtomographie des plans (X-Y), (X-Z) et (Y-Z) dans les éprouvettes LUM0S et LUM090S rompues en fatigue pour $\sigma_{\max} = 60\%\sigma_R$	138
Figure 4.15 – Images MEB des faciès de rupture des éprouvettes (a) LUM0 et (b) LUM090 après rupture en fatigue à $80\%\sigma_R$, $60\%\sigma_R$ et $40\%\sigma_R$	139
Figure 4.16 – Images MEB des faciès de rupture des éprouvettes (a) LUM0S et (b) LUM090S après rupture en fatigue à $80\%\sigma_R$	140
Figure 4.17 – Zones de rupture des éprouvettes VUD0 et VUD090 testées en fatigue à $60\%\sigma_R$	141

Figure 4.18 – Courbes σ - ε des essais de traction sur des éprouvettes avant fatigue ou après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090	142
Figure 4.19 – Comparaison des contraintes à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R	144
Figure 4.20 – Comparaison des modules élastiques en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R	145
Figure 4.21 – Comparaison des déformations à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R	146
Figure 5.1 – Endommagements visibles sur la face arrière des éprouvettes lin/époxy standards dus à un impact de 5J.....	150
Figure 5.2 – Images par microtomographie, dans le plan (Y-Z), d'éprouvettes lin/époxy impactées à 5J	151
Figure 5.3 – Endommagements visibles par transparence sur les éprouvettes verre/époxy après un impact de 5J.	151
Figure 5.4 – Courbes contrainte-déformation des essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes non-impactées (traits en pointillés) et impactées à 5J (traits pleins) : (a) LUM0S (en rouge) et LUM090S (en bleu), (b) VUD0 (en noir) et VUD090 (en vert).....	152
Figure 5.5 – Comparaison des contraintes à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant et après impact à 5J.	153
Figure 5.5 – Comparaison des modules d'élasticité en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant et après impact à 5J.	154
Figure 5.7 – Comparaison des déformations à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant et après impact à 5J.	155
Figure 5.8 – Éprouvettes rompues en traction quasi-statique post-impact à 5J pour les stratifiés lin/époxy : (a) LUM0S et (b) LUM090S.	156
Figure 5.9 – Éprouvettes rompues en traction quasi-statique post-impact à 5J pour les stratifiés de verre/époxy : (a) VUD0 et (b) VUD090.	157
Figure 5.10 – Courbes S-N pour les éprouvettes de composites lin/époxy et verre/époxy non-impactées et impactées à 5J, avec en ordonnée la contrainte maximale appliquée en fatigue normée par la contrainte à rupture du matériau initialement sain. a) LUM0S, b) LUM090S, c) VUD0 et d) VUD090.....	160
Figure 5.11 – Courbes S-N expérimentales et modèle de Wöhler pour les éprouvettes de composites lin/époxy non-impactées et impactées à 5J : a) LUM0S, b) LUM090S.	161
Figure 5.12 – Courbes S-N avec comparaison des essais expérimentaux et du modèle phénoménologique pour les éprouvettes lin/époxy et verre/époxy non-impactées et impactées à 5J.	164
Figure 5.13 – Evolution de la déformation maximale (traits pleins), et de la déformation minimale (traits pointillés) en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes impactées à 5J de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	166
Figure 5.14 – Evolution du module sécant en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes impactées à 5J de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.....	167

Figure 5.15 – Images par microtomographie dans le plan (Y-Z) d'éprouvettes LUM0S et LUM090S impactées à 5 J, testées en fatigue à 60% $\sigma_{R,5J}$ et interrompues à deux niveaux de fraction de durée de vie.....	169
Figure 5.16 – Courbes σ - ϵ des essais de traction avant fatigue ou après 10^6 cycles de fatigue à 40% $\sigma_{R,5J}$ pour les éprouvettes impactées : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.	170
Figure 5.17 – Comparaison des contraintes à rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% $\sigma_{R,5J}$	172
Figure 5.18 – Comparaison des modules élastiques en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% $\sigma_{R,5J}$	173
Figure 5.19 – Comparaison des déformations à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% $\sigma_{R,5J}$	174
Figure A.1 – Séquence d'empilement du composite hybride LVUD090.	180
Figure A.2 – Courbes contrainte-déformation des éprouvettes non-impactées LVUD090, LUM090S et VUD090 testées en traction.	181
Figure A.3 – Courbes force-déplacement produites lors d'un essai d'impact à 5J sur le stratifié hybride et les stratifiés croisés lin/époxy et verre/époxy.	182
Figure A.4 – Images des endommagements d'une éprouvette LVUD090 impactée à 5J : (a) inspection visuelle et (b) images par microtomographie dans les plans (Y-Z) et (X-Z)	183
Figure A.5 – Courbes σ - ϵ des essais de traction quasi-statique sur une éprouvette LVUD090 non-impactée (trait en pointillés) et une autre impactée à 5J (trait plein).	184
Figure A.6 – Propriétés en traction quasi-statique pour le composite hybride, avant et après impact à 5J, et comparaison avec les propriétés d'une éprouvette saine de LUM090S : (a) contraintes et déformations à rupture et (b) Module d'Young	185

Liste des tableaux

Tableau 2.1 – Propriétés physiques et mécaniques du mélange résine-durcisseur (CR72/CH72-3) pour un temps de durcissement de 24h à température ambiante et une post-cuisson de 4 heures à 100°C (données fournies par Sika Advanced Resins).	53
Tableau 2.2 – Nomenclature des éprouvettes.	54
Tableau 2.3 – Propriétés physiques des stratifiés.	56
Tableau 2.4 – Les caractéristiques de tours de chute d’Instron (UQTR) et d’Imatek (ESTACA).	60
Tableau 2.5 – Valeurs maximales de ΔT mesurées à la surface des éprouvettes testées en fatigue à 80% σ_R .	68
Tableau 2.6 – Dimensions et nombre des éprouvettes d’impact.	69
Tableau 2.7 – Dimensions et nombre des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour les essais de fatigue et de traction sur des éprouvettes non impactées.	71
Tableau 2.8 – Dimensions et nombre des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour les essais de fatigue post-impact.	71
Tableau 3.1 – Durée de contact lors de l’impact pour chaque niveau d’énergie appliqué pour les composites de lin/époxy et verre/époxy.	81
Tableau 3.2 – Propriétés en traction des composites $[0]_8$ en lin /époxy LUM0S et en verre/époxy VUD0.	98
Tableau 3.3 – Comparaison entre le module élastique longitudinal E_l issu de la loi des mélanges et celui déterminé expérimentalement pour le LUM0S et le VUD0.	99
Tableau 3.4 – Propriétés en traction des composites $[90]_8$ en lin/époxy (LUM90S) et en verre/époxy (VUD90).	100
Tableau 3.5 – Comparaison entre le module élastique transverse E_t issu de la loi des mélanges et celui déterminé expérimentalement pour le LUM90S et le VUD90.	101
Tableau 3.6 – Propriétés en traction des composites $[0/90]_{2S}$ en lin /époxy LUM090S et en verre/époxy VUD090.	102
Tableau 3.7 – Comparaison entre le module d’élasticité $E_{0/90}$ issu de la loi des mélanges et celui déterminé expérimentalement pour le LUM090S et le VUD090.	103
Tableau 3.8 – Conditions et paramètres considérés pour le modèle numérique.	107
Tableau 3.9 – Propriétés mécaniques et densité du composite lin/époxy UD utilisées dans le modèle numérique.	109
Tableau 4.1 – Contraintes maximales appliquées au cours des essais de fatigue pour les différents matériaux.	116
Tableau 4.2 – Nombre moyen de cycles à rupture des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy testées en fatigue (traction-traction).	117
Tableau 4.3 – Nombre total d’éprouvettes lin/époxy et verre/époxy testées en fatigue à 40% σ_R et nombre de celles qui n’étaient pas rompues à 10^6 cycles.	118
Tableau 4.4 – Paramètres du modèle de Wöhler déterminés pour les différents matériaux étudiés.	120
Tableau 4.5 – Valeurs des paramètres α et β identifiés pour chaque type d’éprouvette de stratifiés lin/époxy et verre/époxy.	125
Tableau 5.1 – Propriétés mécaniques issus des essais de traction quasi-statique après impact à 5J.	155

Tableau 5.2 – Contraintes maximales appliquées au cours des essais de fatigue (traction-traction) post-impact.....	158
Tableau 5.3 – Valeur moyenne, limite inférieure et limite supérieure du nombre de cycles à la rupture des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy testées en fatigue (traction-traction) post-impact à 5J.....	159
Tableau 5.4 – Paramètres du modèle de Wöhler déterminés pour les éprouvettes de composites lin/époxy impactées à 5J et comparaison avec les non-impactées.....	162
Tableau A.1 – Propriétés physiques du composite hybride LVUD090.....	181
Tableau A.2 – Propriétés mécaniques en traction quasi-statique des éprouvettes saines de LVUD090.....	182
Tableau A.3 – Propriétés mécaniques issues des essais de traction quasi-statique après impact à 5J du LVUD090.....	184

Liste des abréviations

$\Delta\sigma$ amplitude du signal cyclique

ΔT variation de la température

ΔX variation du déplacement de la traverse

a et b paramètres expérimentaux

α et β paramètres caractéristiques liés au composite étudié

AMF angle microfibrillaire

C et D grandeurs fonction de β

CFN composites à fibres naturelles

ε déformation mesurée par un extensomètre

X déplacement de la traverse

$\Delta\varepsilon$ déformation relative

X_N déplacement de la traverse au cycle N considéré

X_0 déplacement de la traverse au cycle 0

DI diamètre interne

DE diamètre externe

d_m longueur totale prise dans les mors

e épaisseur du stratifié

E_1 module élastique dans la direction longitudinale

E_2 module élastique dans la direction transverse

E_{5J} module élastique après impact à 5J

E_a énergie absorbée

E_c énergie cinétique

E_i énergie d'impact

E_l module longitudinal

E_m module élastique de la matrice

E_r énergie élastique restituée

E_t module transverse
 f fréquence de sollicitation
 $F(t)$ la force d'impact
 g accélération gravitationnelle
 G_{12} module de cisaillement dans le plan du pli
 G_{13} module de cisaillement hors plan
 G_{fc} énergie de rupture en compression, direction longitudinale
GFRPs *Glass Fiber Reinforced Plastics*
 G_{ft} énergie de rupture en traction, direction longitudinale
 G_{mc} énergie de rupture en compression, direction transverse
 G_{mt} énergie de rupture en traction, direction transverse
 h hauteur de chute
 κ et γ des constantes relatives au matériau
 l largeur de l'éprouvette
 L_0 longueur de la zone utile de l'éprouvette
 l_f longueur des fibres
 lin UD-mat renfort unidirectionnel de lin à liant mat de lin
 L_j longueur de jauge
 L_{min} longueur minimale recommandée par ASTM D3039
 L longueur
LUM090F lin UD-mat/époxy pour une configuration croisée avec des fibres courtes fibrillées
LUM090S lin UD-mat/époxy pour une configuration croisée avec des fibres courtes non-fibrillées
LUM0F lin UD-mat/époxy pour une configuration unidirectionnelle avec des fibres courtes fibrillées
LUM0S lin UD-mat/époxy pour une configuration unidirectionnelle avec des fibres courtes non-fibrillées
LVUD090 composite hybride lin-verre/époxy
 m la masse tombante

$m_{c,air}$ masse du composite dans l'air
 $m_{c,eau}$ masse du composite dans l'eau
MEB microscopie électronique à balayage
 m_r le grammage (densité surfacique) des renforts utilisés
 n le nombre de plis dans le stratifié
 N_f nombre de cycles de fatigue à la rupture
P paroi primaire
PFI *Paper and Fiber Research Institute*
PFRPs *Plant Fiber Reinforced Plastics*
R rapport de charge
RTM moulage à transfert de résine
S paroi secondaire
 S_{11} contraintes dans la direction des fibres
 S_{22} contraintes dans la direction transverse aux fibres
 S_L contrainte de rupture en cisaillement, direction longitudinale
 S_T contrainte de rupture en cisaillement, direction transverse
 T_g température de transition vitreuse
UD unidirectionnel
 v_0 la vitesse initiale à l'instant $t_0=0s$
 V_f taux volumique de fibres
 V_i vitesse initiale atteinte par l'impacteur lors de l'impact
 V_p taux volumique de porosité
VUD0 verre/époxy pour une configuration unidirectionnelle
VUD090 verre/époxy pour une configuration croisée
 X_C contrainte de rupture en compression, direction longitudinale
 X_T contrainte de rupture en traction, direction longitudinale
 Y_C contrainte de rupture en compression, direction transverse
 Y_T contrainte de rupture en traction, direction transverse

ε_R déformation à rupture

$\varepsilon_{R,5J}$ déformation à rupture après impact à 5J

θ angle d'orientation des fibres les plus proches de la direction de chargement

λ paramètre fixé à 1,6 par Epaarachchi et Clausen

μ -CT microtomographie

ν_{12} coefficient de Poisson

ρ_c masse volumique du composite

ρ_{eau} masse volumique de l'eau à température ambiante

ρ_f la masse volumique des fibres

σ_{max} contrainte maximale de fatigue appliquée

σ_R contrainte à rupture

σ_r est la contrainte résiduelle de l'éprouvette après N cycles de fatigue

$\sigma_{R,5J}$ contrainte à rupture après impact à 5J

$\sigma_{u,\theta}$ contrainte à rupture en traction du composite étudié

φ diamètre de l'impacteur hémisphérique

η est le coefficient de linéarité

Introduction Générale

Les matériaux composites à fibres synthétiques sont utilisés depuis de nombreuses années pour répondre à la problématique de réduction de masse dans de multiples secteurs et notamment dans l'industrie des transports. Progressivement, les fibres naturelles émergent comme une alternative prometteuse pour répondre à la diversification des ressources et à la réduction de la dépendance aux ressources non renouvelables. En effet, les fibres naturelles ont un caractère écoresponsable permettant de diminuer l'impact environnemental en réduisant l'énergie requise à leur production. Les fibres de lin, parmi les fibres naturelles, présentent des propriétés mécaniques spécifiques comparables à celles des fibres de verre et une surface de culture importante en Europe, en particulier en France. Dans un contexte de développement durable, l'utilisation des fibres de lin permet de valoriser des ressources locales et renouvelables. Et d'un point de vue économique, l'augmentation de la demande de fibres de lin pourrait stimuler le développement de l'agriculture dans des zones inexploitées, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives d'emploi.

Comme tous les composites, en conditions d'usage, les composites à fibres de lin peuvent être soumis à des impacts à basse vitesse en cas de chute d'objets par exemple. Ces impacts peuvent être invisibles à l'œil nu et entraîner des endommagements internes qui peuvent être dramatiques pour la durée de vie des pièces. Pour pouvoir développer l'usage industriel des fibres de lin, il est donc nécessaire d'approfondir la connaissance de leur comportement mécanique à l'impact et leur durabilité en fatigue. Dans ce contexte, cette thèse s'est effectuée dans le cadre d'une cotutelle entre l'ENSMA (Poitiers-France) et l'UQTR (Université du Québec à Trois-Rivières, Québec, Canada), en collaboration avec l'ESTACA (Laval-France). Elle vise à étudier le comportement à l'impact et en fatigue avant et après impact de composites lin/époxy. Afin de réaliser une comparaison avec un composite conventionnel, des échantillons en verre/époxy sont également caractérisés.

Les renforts de lin utilisés dans cette thèse, appelés UD-mat, se distinguent par leur originalité du fait qu'ils ont été préparés par un procédé inspiré de l'industrie papetière. Le travail sur ces renforts de lin s'inscrit dans la continuité des études réalisées sur ce type de renfort de lin à l'UQTR au Canada.

La structure de ce manuscrit est composée de cinq chapitres.

Le premier chapitre présente un état de l'art dans le domaine des composites à fibres végétales, plus particulièrement à fibres de lin. Une synthèse de différentes applications des composites à

fibres de lin et l'architecture du renfort de lin UD-mat utilisé sont abordées. Le comportement à l'impact à basse vitesse des composites et les conséquences de celui-ci sur la tenue mécanique en traction et en fatigue sont discutés.

Le deuxième chapitre porte sur la description des matériaux de cette étude, ainsi que leurs propriétés physiques. Il détaille les procédés de fabrication des renforts de lin, y compris le procédé de raffinage (fibrillation) et le procédé de moulage à transfert de résine (RTM) des composites lin/époxy et verre/époxy. De plus, ce chapitre présente les différents moyens utilisés pour réaliser les essais mécaniques en quasi-statique ou dynamique, ainsi que les techniques d'analyse des endommagements.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude du comportement à l'impact à faible vitesse des stratifiés lin/époxy (sans et avec fibrillation de surface des fibres courtes de la phase mat du renfort UD-mat) et des stratifiés verre/époxy. Les essais d'impact et les endommagements créés sont analysés pour comparer les différents matériaux, en mettant en lumière l'effet de la fibrillation. Ensuite, le comportement en traction quasi-statique des composites lin/époxy (sans fibrillation) et verre/époxy est étudié. Les résultats obtenus sont utilisés pour alimenter un modèle numérique simplifié, par éléments finis, permettant de simuler un impact de 5J sur un composite lin/époxy.

Le quatrième chapitre concerne l'étude en fatigue de type traction-traction des stratifiés étudiés : lin/époxy (sans fibrillation) et verre/époxy. Un modèle phénoménologique est appliqué pour reproduire les courbes de Wöhler de ces matériaux. Une analyse de l'évolution des propriétés mécaniques lors des essais de fatigue est présentée. Les faciès de rupture en fatigue des éprouvettes de lin/époxy sont examinés par microscopie électronique à balayage (MEB) et des microtomographies des éprouvettes rompues en fatigue sont aussi présentées. Puis, les propriétés résiduelles en traction quasi-statique sont déterminées pour les éprouvettes non rompues après 10^6 cycles de fatigue.

Enfin, le dernier chapitre se focalise sur l'influence d'un impact à basse vitesse sur le comportement en fatigue des composites lin/époxy (sans fibrillation) et verre/époxy. Les essais en fatigue de type traction-traction sont réalisés sur les éprouvettes impactées à 5J. Le modèle phénoménologique est utilisé pour prédire les durées de vie des éprouvettes impactées. Un suivi d'endommagement est réalisé par microtomographie à rayons X. Les propriétés résiduelles en traction quasi-statique sont ensuite déterminées pour des éprouvettes n'ayant pas rompu à 10^6 cycles de fatigue.

Chapitre I

Etat de l'art

Dans ce premier chapitre, une revue de littérature dans le domaine des composites à renfort végétal est présentée. Tout d'abord, une brève introduction sur les matériaux composites à matrice polymérique est présentée, suivie par une partie sur les fibres végétales, spécialement les fibres de lin, et les composites associés. Ensuite, les problématiques de leur comportement face à des sollicitations dynamiques de type impact et fatigue (traction-traction) sont détaillées. Certaines techniques d'analyse des endommagements dans les composites suite à des sollicitations dynamiques sont également abordées.

1.1 Une brève histoire des Composites

Au cours du XX^{ème} siècle, un développement remarquable des matériaux composites a émergé dans l'industrie et le premier composite renforcé par des fibres a été fabriqué en 1913 [Verpoest 2022] : il s'agit du Formica, constitué de couches de papier kraft et de résine phénolique. La deuxième guerre mondiale a été un propulseur pour le développement des matériaux composites dans des pièces pour les avions bombardiers. Le but était de remplacer dans la mesure du possible l'alliage d'aluminium qui faisait face à une pénurie [Baley et al. 2021]. L'intégration des matériaux composites dans le domaine aérospatial n'a pas vu le jour avant les années 1970. De nos jours, les composites à matrice polymère sont largement utilisés dans les domaines aéronautique, automobile, militaire, de la construction (notamment les ponts et les éoliennes), naval, médical, électronique, sportif et pour des articles ménagers [Sajan and Philip Selvaraj 2021; Chandra Dubey et al. 2021]. En 2021, 12 Mt de composites ont été produites dans le monde. Le chiffre projeté pour 2026 est de 15,5 Mt [Glowacz 2022], ce qui équivaut à une croissance de près de 30%. La Figure 1.1 résume les dates marquantes dans le développement industriel des matériaux composites.

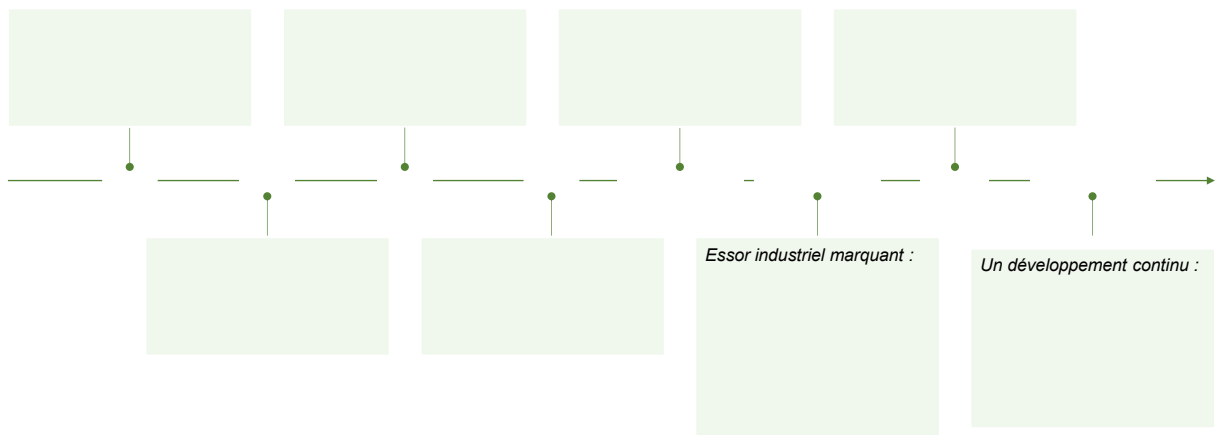


Figure 1.1 – Enchaînement chronologique de l'industrialisation des matériaux composites (d'après [Verpoest 2022; Baley et al. 2021]).

Un matériau composite est constitué d'une matrice, qui peut être en polymère, en céramique ou en métal, et de renforts fibreux qui permettent de reprendre les charges appliquées [de Vasconcellos 2013]. Ces renforts peuvent être sous forme de particules ou de fibres, qui peuvent être courtes ($l_f < 10$ mm) ou longues ($l_f > 10$ mm) [Muller 2019].

Les deux principaux types de fibres utilisées dans les composites sont les fibres synthétiques et les fibres naturelles [Rajak et al. 2019]. Plusieurs fibres synthétiques sont disponibles sur le marché, notamment les fibres de carbone, de verre et d'aramide pour les plus répandues, mais aussi les fibres de céramique [Shanmugam et al. 2020; Nguyen 2015]. Par ailleurs, les fibres naturelles sont classifiées en trois grandes catégories. Les deux premières sont les fibres animales et minérales et la dernière est celle des fibres végétales [Gholampour and Ozbakkaloglu 2020; Nijjar et al. 2022].

Dans ce qui suit, seuls les composites à base de polymère thermodurcissable renforcé de fibres végétales, et en particulier de fibres de lin, seront traités puisqu'ils sont l'objet de cette thèse.

1.2 De l'intérêt des biocomposites

La nécessité de trouver des solutions à la gestion des déchets générés en fin de vie des pièces est un défi pour l'industrie des composites. Les fibres végétales, grâce à leurs nombreux avantages (faible densité, bonne résistance à la corrosion, bas coût de production et d'investissement, bonne résistance spécifique et propriétés d'isolation acoustique, grande disponibilité, biodégradabilité [Sathish et al. 2021; Loganathan et al. 2020]), sont progressivement utilisées pour remplacer, dans la mesure du possible, les fibres synthétiques [Alkbir et al. 2016; Rajak et al. 2019]. De nos jours, de nombreux chercheurs s'intéressent aux renforts naturels pour contribuer à minimiser l'impact environnemental des composites tout en assurant une bonne qualité des biomatériaux obtenus pour des applications industrielles.

1.2.1 Les différents types de fibres végétales

L'origine des fibres végétales peut être divisée en plusieurs catégories selon la provenance de la fibre, tel que [Baley 2020; Gholampour and Ozbakkaloglu 2020] :

- Les plantes à fibres libériennes comme le lin, le chanvre, la jute, la ramie et le kénaf ;
- Les feuilles, telles que les fibres de sisal et d'ananas ;
- Les fruits et graines, notamment pour le coton et le coir ;
- Les herbes et les pailles, tels que le miscanthus, le bambou, le blé ;
- Et le bois.

Les fibres végétales sont constituées de composants chimiques de base, notamment de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine [Shanmugam et al. 2020]. La cellulose, chaîne polymérique semi-cristalline, est le principal constituant de la plupart des fibres végétales. Elle

assure la bonne résistance mécanique de ces dernières [Djafari Petroudy 2017]. L'hémicellulose est un polymère amorphe tandis que la pectine et la lignine jouent le rôle d'agents de liaison. Les composites renforcés de fibres végétales sont aujourd'hui utilisés dans divers secteurs, notamment la construction et l'automobile [Ismail et al. 2022].

1.2.2 Avantages et limitations des fibres naturelles pour les composites

A part leur caractère biodégradable et écologique [Das and Chaudhary 2021], les fibres naturelles nécessitent moins d'énergie que les fibres synthétiques pour leur production [Joshi et al. 2004], leur coût est inférieur à celui des fibres synthétiques [Ahmad et al. 2014], et elles dégagent moins de fumées toxiques à l'incinération en fin de vie [Pickering 2008]. Elles sont également non abrasives et non irritantes [Das and Chaudhary 2021]. Comme les fibres végétales se distinguent des fibres synthétiques par leur plus faible densité, cela permet de réduire la masse des pièces. Cet avantage mène à une diminution de la consommation de carburant des véhicules en améliorant leur rendement énergétique [Joshi et al. 2004; Pickering 2008]. Toutefois, pour obtenir une performance équivalente à celles des composites à fibres de verre, il est nécessaire d'augmenter le taux de fibres naturelles. Ceci diminue le pourcentage volumique de la matrice, ce qui est avantageux lorsque celle-ci provient de ressources fossiles [Joshi et al. 2004]. Cependant, le caractère hydrophile et polaire des fibres naturelles affecte la qualité de l'interface entre la fibre et la matrice polymère, de nature hydrophobe [Thyavihalli Girijappa et al. 2019; Sood and Dwivedi 2018]. De plus, les fibres naturelles absorbent considérablement d'humidité [Ahmad et al. 2014], ce qui est une conséquence de la présence des groupements hydroxyles (-OH) [Sood and Dwivedi 2018]. Le caractère inflammable [Serra-Parareda et al. 2019; Ahmad et al. 2014], l'utilisation d'engrais [Joshi et al. 2004] et la difficulté de mise en œuvre à des taux massiques de renfort élevés (50% et plus) s'ajoutent aux inconvénients des fibres naturelles [Väisänen et al. 2017].

1.2.3 La fibre de lin

1.2.3.1 Microstructure

La fibre de lin (*Linum usitatissimum*) fut l'une des premières fibres végétales à être récoltée, filée et tissée. Ces fibres sont extraites de la tige du lin et elles étaient utilisées dans la fabrication du textile par les Égyptiens, 5 000 ans av. J.-C. [Yan et al. 2014; Ramesh 2019]. Il a aussi été découvert, dans une étude réalisée par Kvavadze et al. [Kvavadze et al. 2009], que l'Homme préhistorique utilisait le lin pour des applications quotidiennes, il y a environ 30 000 ans. De nos jours, les fibres de lin sont toujours employées dans le secteur de l'habillement. Elles servent aussi de matière première dans l'industrie du papier de haute qualité, et elles sont utilisées dans la fabrication de billets de banque et du papier à rouler pour les cigarettes [Chand and Fahim 2008], mais son importance ne se limite pas à ces applications. Les fibres de lin suscitent l'intérêt dans le domaine des biocomposites grâce à leurs propriétés mécaniques exceptionnelles face à d'autres fibres naturelles concurrentes [Kumar et al. 2020; Shah 2014]. En plus de leur caractère biodégradable et du fait qu'elles soient parmi les plus résistantes des fibres naturelles, elles offrent de bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique et une très bonne absorption des vibrations. De plus, elles sont dotées de propriétés spécifiques comparables à celles des fibres de verre [Bos et al. 2006; Yan et al. 2014] et s'avèrent être parmi les meilleures pour remplacer celles-ci dans les matériaux composites [Mahboob and Bougherara 2018].

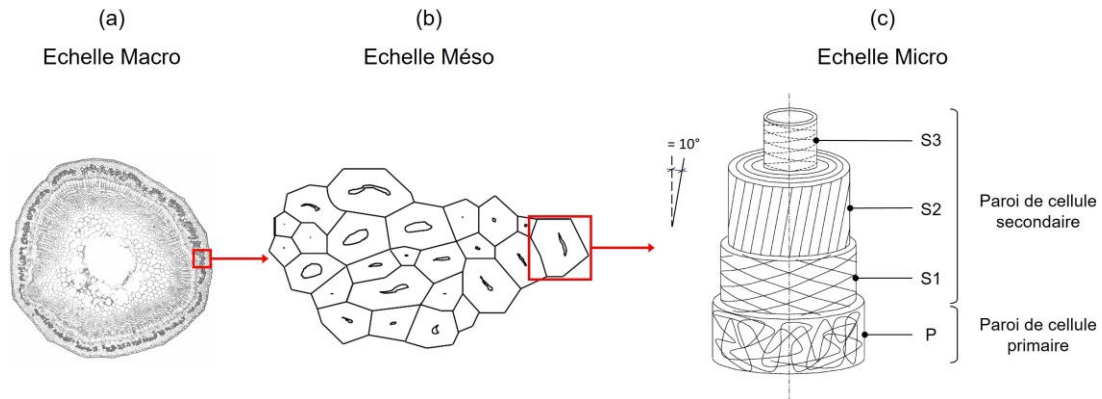


Figure 1.2 – Structure multi-échelle du lin. (a) Une coupe transverse d'une tige de lin adaptée de [Dr Keith Wheeler 2020], (b) et (c) figures adaptées de la publication de [Baley 2002] représentant un faisceau de fibres de lin et la structure d'une fibre élémentaire correspondante, respectivement.

La structure multi-échelle du lin est présentée sur la Figure 1.2. À l'échelle macroscopique (Figure 1.2a), la tige de lin possède un diamètre de 1 à 3 mm et est composée de l'écorce, du phloème situé en périphérie (après l'écorce), du xylème qui forme le centre de la tige (le bois) et d'un vide

central [Serra-Parareda et al. 2019]. Le phloème est la partie d'intérêt. Il est constitué d'une trentaine de faisceaux de fibres dans l'épaisseur, qu'on nomme aussi fibres techniques, liées entre elles par la pectine. A l'échelle mésoscopique (Figure 1.2b), une coupe transversale d'une fibre technique montre que celle-ci comporte entre 10 et 40 fibres élémentaires liées entre elles par la pectine [Charlet et al. 2007]. À l'échelle microscopique (Figure 1.2c) et comme toutes les fibres végétales, la fibre de lin a une section polygonale comprenant de 5 à 7 faces [Berges 2018]. La longueur d'une fibre élémentaire varie entre 13 et 60 mm et son diamètre entre 12 et 30 μm . Elle est constituée d'une cavité centrale appelée lumen et de deux parois principales : la paroi primaire externe, notée P; et la paroi secondaire interne (notée S), qui renferme trois couches concentriques, S1, S2 et S3. S3 est la plus épaisse [Liang 2013] et elle représente 80% de la section totale de la fibre [Berges 2018]. La structure des parois est assimilée à celle d'un composite à matrice amorphe composée d'hémicellulose et de pectine renforcée par des microfibrilles de cellulose. Les couches S1 à S3 diffèrent en termes d'épaisseur, de composition chimique et d'orientation des microfibrilles. Ces microfibrilles, constituées de chaînes cellulosiques [Väisänen et al. 2017], sont disposées de manière hélicoïdale avec un angle par rapport à l'axe de la fibre, appelé angle microfibrillaire (AMF) [Baley 2020]. Cet angle est minimal dans la couche S2 et égal à 10° , et maximal dans la couche S1. Il influence les propriétés mécaniques de la fibre car à mesure que l'AMF diminue, les propriétés s'améliorent significativement [Fang et al. 2004; Liang 2013]. Finalement, lors de la culture, le lin est parmi les plantes ayant une consommation d'eau, d'engrais et de pesticides les plus faible pour la production de fibres végétales. Surtout que les cultures sont réalisées sur des sols de qualité nécessitant peu d'apport en azote. De plus, dans les régions européennes tempérées, la culture du lin ne nécessite pas d'irrigation [Baley et al. 2021].

1.2.3.2 Fibre de lin vs fibre de verre

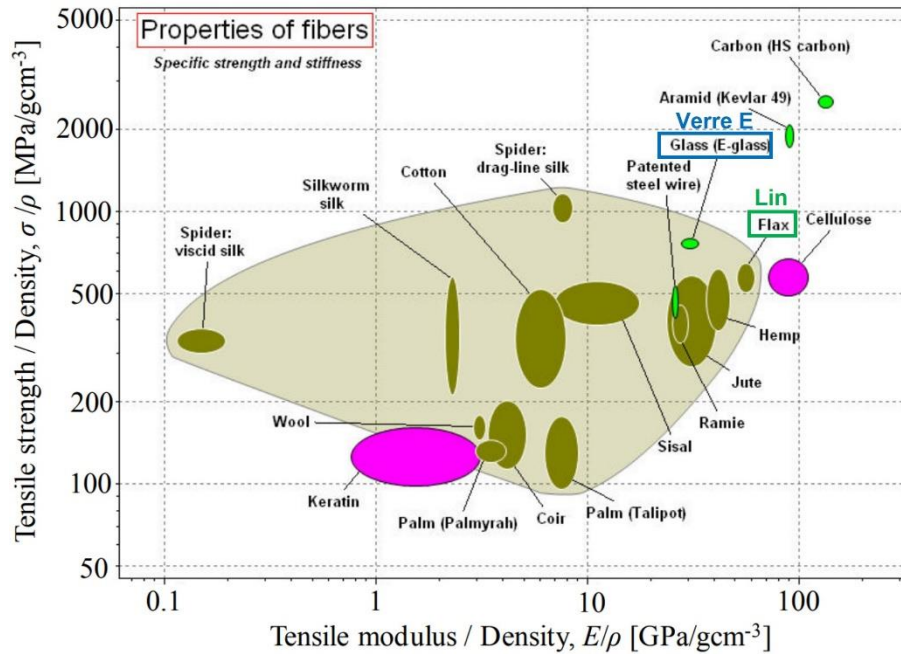


Figure 1.3 – Diagramme de Ashby pour les grandes familles de fibres végétales et les fibres synthétiques [Shah 2013].

Le lin est la fibre végétale la plus utilisée dans les composites grâce à ses propriétés mécaniques exceptionnelles [Yan et al. 2014]. La Figure 1.3 montre que celle-ci possède une rigidité spécifique supérieure à celle du verre et une contrainte à la rupture spécifique inférieure à celle des fibres de verre mais supérieure à celle des autres fibres naturelles. Mais l'attrait des fibres de lin ne se limite pas à ses propriétés mécaniques. À leur abondance, bas coût et faible densité par rapport au verre s'ajoutent leur caractère biodégradable [Lotfi et al. 2021], de bonnes propriétés d'isolation acoustique [Pil et al. 2016; Prabhakaran et al. 2014] et leurs propriétés non-abrasives limitant l'usure des outils de coupe dans les composites [Wielage et al. 2003; Pickering 2008]. De plus, la fibre de lin ne laisse pas de résidus après incinération [Duflou et al. 2014].

Ajoutons que la production des fibres de lin nécessite environ 20% de l'énergie requise à la production de la fibre de verre [Le Duigou et al. 2011].

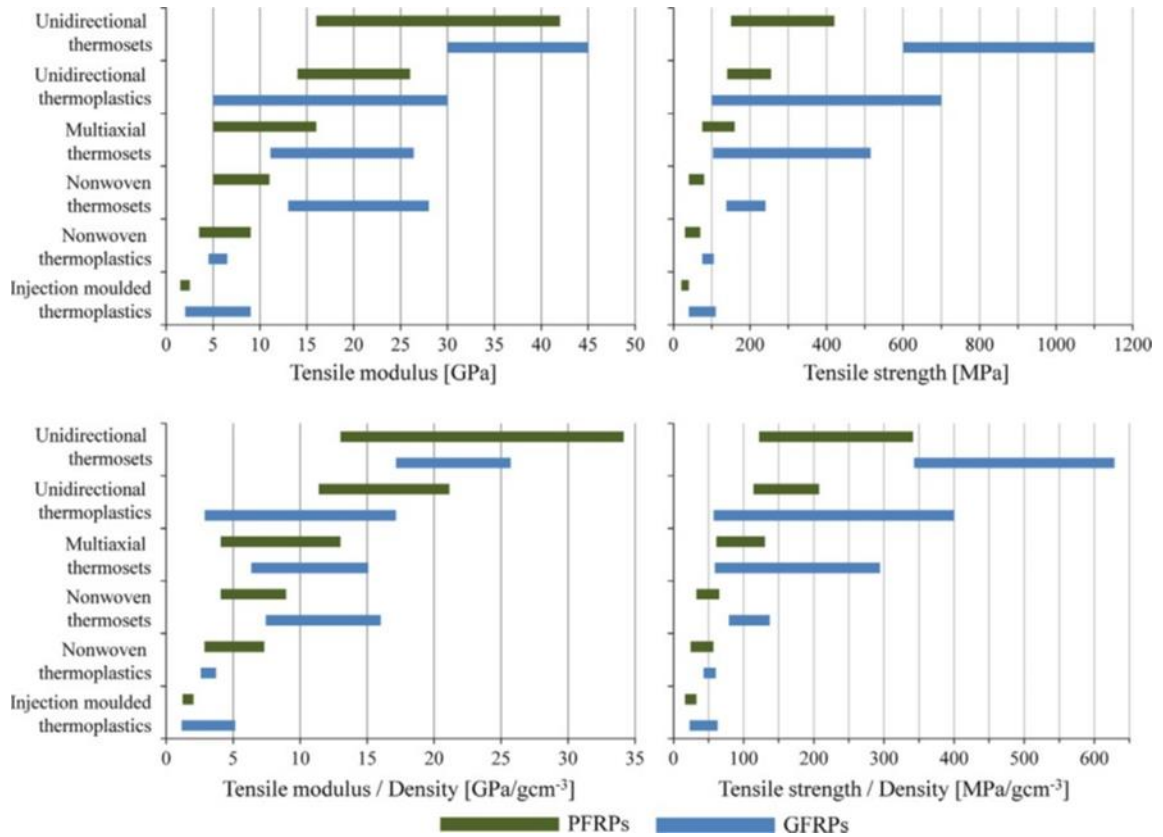


Figure 1.4 – Comparaison des propriétés absolues et spécifiques en traction de composites renforcés de fibres végétales (PFRPs : Plant Fiber Reinforced Plastics) et de fibres de verre (GFRPs : Glass Fiber Reinforced Plastics) [Shah 2014].

La Figure 1.4 compare certaines propriétés en traction (valeurs absolues et spécifiques) de polymères renforcés de fibres végétales ou de fibres de verre [Shah 2014]. Il s'avère que certains biocomposites, en particulier les unidirectionnels à matrice thermodurcissable et thermoplastique, présentent des performances supérieures en termes de rigidité spécifique par rapport aux composites à fibres de verre. Ainsi, les fibres de lin offrent une alternative intéressante aux fibres de verre pour des applications structurelles où la rigidité ou la durée de vie sont les principaux critères de conception [Duflou et al. 2014]. Néanmoins, les contraintes à la rupture en traction (absolue et spécifique) des composites à fibres de lin demeurent inférieures à celles des composites à fibres de verre.

1.2.4 Différentes applications courantes et potentielles

La Figure 1.5 montre les principaux secteurs d'application des composites à fibres naturelles (CFN). Il y a notamment le secteur de la construction, de l'automobile, le transport naval, les articles de sport, l'emballage, les fournitures ménagères, les instruments de musique et les matériaux d'isolation.

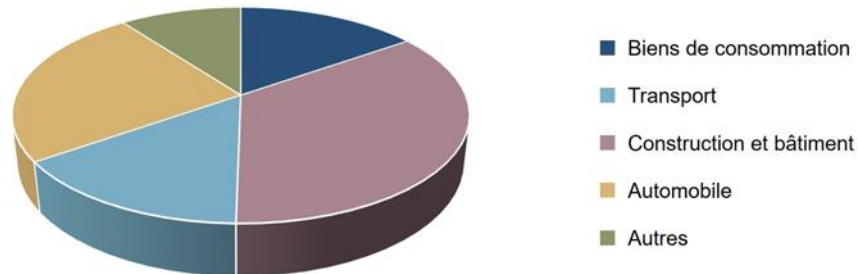


Figure 1.5 – Parts du marché mondial des biocomposites par utilisation finale, 2022 – Figure adaptée de [Orion Market Research 2022].

Des applications structurelles importantes ont été développées ces dernières années en ce qui concerne les composites à fibres de lin :

La mise en service de la nacelle verte (*The Green Nacelle*, Figure 1.6a) ayant une longueur de 7,3 m, qui est la première structure composite à fibres naturelles construite pour une éolienne [JEC 2021].

L'inauguration d'un pont de 15 m de long aux Pays-Bas (Figure 1.6b), fait d'un composite lin/époxy [Hallier 2022]. Ce pont fut le premier testé pour son comportement face aux conditions météorologiques ou aux vibrations à l'aide de capteurs installés sur sa structure. Si l'analyse des données obtenues est concluante, cette génération de ponts pourrait remplacer des milliers d'autres aux Pays-Bas.

La production de voitures de course (Figure 1.6 c et d) avec des carrosseries à base de renforts à fibres de lin, élaborées par l'entreprise Bcomp [Bcomp 2023]. Parmi les constructeurs automobiles, Tesla fut la première en 2018 à s'intéresser à cette technologie proposée par Bcomp suivie par d'autres comme McLaren, Porsche et BMW.

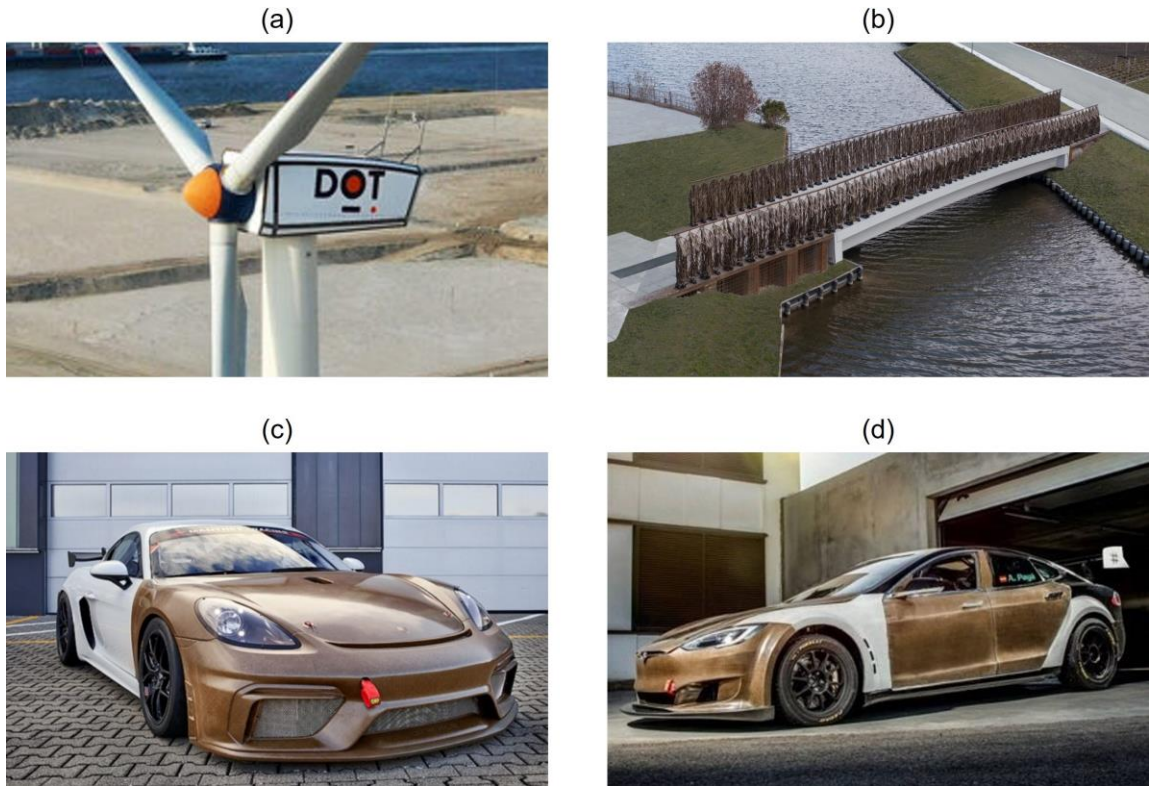


Figure 1.6 – Différentes applications des composites à fibres de lin dans (a) l'énergie éolienne [JEC 2021], (b) la construction [Hallier 2022], (c) et (d) l'automobile [Porsche Newsroom 2020; Innovation in Textiles 2018].

1.2.5 Architecture du renfort

Les fibres de lin sont utilisées dans les matériaux composites sous une grande variété d'architectures tel que les mats, les fils, les unidirectionnels et les tissus [Rahman 2021]. Pour l'obtention de plis unidirectionnels, la fabrication de couches pré-imprégnées a été développée dès 1939 par De Bruyne [De Bruyne 1939]. Une autre alternative concerne la fabrication de nappes calandrées placées entre deux films de polypropylène thermoplastique [Baley et al. 2016]. D'autres auteurs ont proposé de lier les fibres entre elles en réactivant la pectine par une pulvérisation d'eau sur la surface des fibres [Khalfallah et al. 2014]. Une autre technologie, adoptée dans ce travail de thèse, consiste à utiliser les techniques de fabrication du papier pour créer des liens entre les fibres de lin lors du séchage [Habibi et al. 2017a]. Chaque pli du renfort est ainsi composé d'une couche unidirectionnelle (UD) dont les fibres sont maintenues en place par une couche de mat constituée de fibres courtes de lin. Ce bicouche est appelé UD-mat.

1.2.5.1 Le renfort UD-mat

Les renforts à fibres de lin de type UD-mat (Figure 1.7) utilisés dans cette thèse sont relativement nouveaux. Ils sont élaborés par un procédé inspiré de la fabrication du papier qui sera détaillé au Chapitre 2 de cette thèse. Le renfort est préparé à partir de fils de lin, constituant la couche UD du renfort, et de fibres courtes de lin constituant le mat. Ce dernier agit comme liant grâce à la bonne adhésion entre les fibres courtes et les fils UD de lin. La présence du mat permet de maintenir l'alignement des fibres UD et facilite la manipulation du renfort en évitant la désorientation des fibres UD. Pendant la fabrication du renfort, les fibres se lient entre elles grâce à des interactions physiques (accrochage mécanique) et chimiques (liaisons hydrogène, liaisons de Van der Waals...) [Bergensträhle-Wohlert et al. 2022] ainsi que par la réactivation de la pectine [Khalfallah et al. 2014; Monti et al. 2016] qui agit comme un liant naturel entre les fibres.

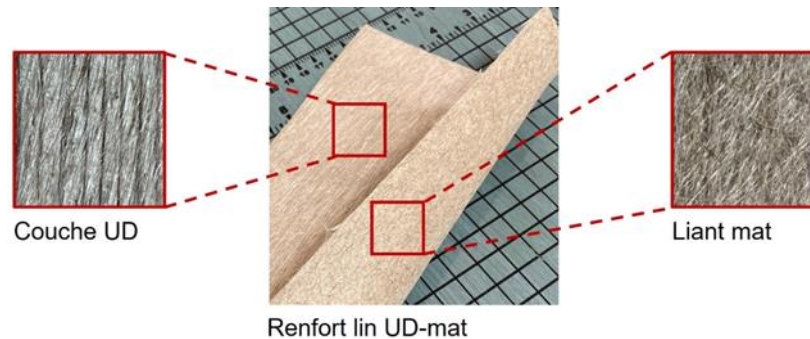


Figure 1.7 - Renfort de lin UD-mat fabriqué dans les laboratoires du I2E3 et du Département de génie mécanique de l'UQTR.

1.2.5.2 La fibrillation de surface

Dans le but d'améliorer l'interface fibre-matrice, il est envisageable d'appliquer des traitements chimiques, physiques ou mécaniques sur les fibres ou la matrice des composites à fibres naturelles [Bernaoui et al. 2022; Lakshmi Narayana and Bhaskara Rao 2021; Latif et al. 2018; Li et al. 2007]. Parmi les traitements chimiques [Sathish et al. 2021], l'alcalinisation est la plus commune [Shanmugam et al. 2020; Lakshmi Narayana and Bhaskara Rao 2021]. Des traitements comme les procédés corona et plasma [Ragoubi et al. 2010; Sever et al. 2011] servent à modifier les caractéristiques de surface, la mouillabilité et l'affinité des fibres avec la matrice [Gassan and Gutowski 2000; Gupta et al. 2021]. Un autre traitement mécanique, la fibrillation de surface des fibres, est étudié dans le présent travail. La fibrillation, également connue sous le nom de raffinage, est un procédé traditionnel réalisé en milieu aqueux et utilisé dans l'industrie des pâtes à papier [Akdim 2014]. Ce traitement peut être réalisé avec un raffineur de pâte à papier à différents degrés

de raffinage [Lee and Bismarck 2014]. L'objectif est d'obtenir un relâchement partiel des microfibrilles à la surface des fibres pour augmenter l'accrochage mécanique [Afra et al. 2013]. Ainsi, des fibres naturelles plus rugueuses et "poilues" sont obtenues pour améliorer l'interface fibre-matrice, ce qui en parallèle augmente le nombre de sites réactifs pour d'éventuels traitements chimiques secondaires [Bernaoui et al. 2022].

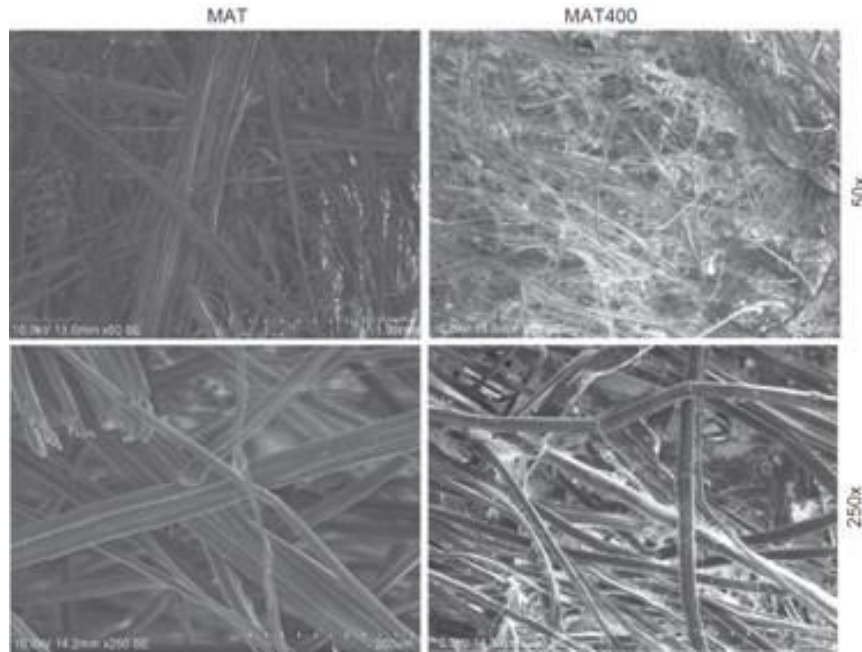


Figure 1.8 – Effet microscopique de la fibrillation de surface de fibres de lin vu par MEB. Images adaptées des travaux de Bernaoui et al. [Bernaoui et al. 2022] à gauche : fibres non fibrillées et à

La Figure 1.8 montre, à titre comparatif, des micrographies obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) de renforts mats non-fibrillés et fibrillés à différentes échelles. On remarque que le réseau de fibres devient plus encombré par la fibrillation, aussi détectée par le blanchiment de la surface des fibres. Zhong et al. [Zhong et al. 2011] ont étudié l'effet de la fibrillation sur des fibres de sisal dans des composites hybrides sisal-aramide à renforts mat imprégnés d'une résine phénolique. Ils ont montré le potentiel de la fibrillation pour améliorer l'interface fibre-matrice et les propriétés mécaniques en traction et compression. Senthilkumar et al. [Senthilkumar et al. 2020] ont remarqué que le taux de cristallinité des fibres de coco n'est pas affecté par la fibrillation, mais que la teneur en cellulose augmente avec l'élimination partielle de la lignine lors de la fibrillation. Cela s'est traduit par une augmentation de 61% et de 12% de la résistance à l'impact et de la résistance à la traction des composites produits à partir des fibres de coco fibrillées. Récemment, les résultats d'une étude effectuée par Bernaoui et al. [Bernaoui et al. 2022] ont montré que la fibrillation de surface réalisée sur les fibres courtes de lin améliore les propriétés

mécaniques en traction des composites constitués de renforts de type UD de lin à liant mat de lin. Pour aller plus loin dans l'analyse, cette thèse étudie l'effet de la fibrillation des fibres courtes de lin sur le comportement à l'impact des stratifiés lin UD-mat/époxy. Pour ce faire, les meilleurs paramètres de raffinage obtenus par Bernaoui et al. [Bernaoui et al. 2022] seront repris dans la démarche expérimentale présentée au Chapitre 2.

1.2.6 Problématique

Pendant le processus de fabrication et lors de leur utilisation, les matériaux composites sont soumis à des impacts, notamment des impacts à basse vitesse [Petit et al. 2007]. Les défauts créés par ceux-ci peuvent être invisibles à l'œil mais présentent des dommages internes [Fischer et al. 2019] pouvant être néfastes pour la durée de vie des pièces [Chen et al. 2002; Wei et al. 2020]. D'autre part, lorsque les structures sont soumises à des sollicitations en fatigue à des niveaux de chargement bien inférieurs à leur résistance ultime, l'accumulation progressive des endommagements internes peut engendrer une défaillance prématurée des pièces [Mahboob and Bougherara 2018]. Il est donc nécessaire de mener des études pour mieux comprendre la réponse des biocomposites face aux chargements dynamiques. La caractérisation du comportement dynamique des biocomposites, à savoir l'étude de l'impact à basse vitesse et celle de la fatigue après impact s'avèrent importantes pour mieux prédire la durée de vie de ces matériaux.

1.3 Comportement à un impact à basse vitesse

L'une des limitations des biocomposites actuels est leur réponse aux impacts à basse vitesse [Yuanjian and Isaac 2008]. Ceux-ci sont inévitables pendant la durée de vie des structures composites et peuvent affecter leurs propriétés mécaniques résiduelles [de Vasconcellos et al. 2014a; Fischer et al. 2019; Thorsson et al. 2018]. Les endommagements de surface causés par un impact à faible vitesse peuvent être minimes, mais les dommages structurels internes peuvent affecter l'intégrité structurelle comme montré dans la Figure 1.9 [Wronkowicz-Katunin et al. 2021].

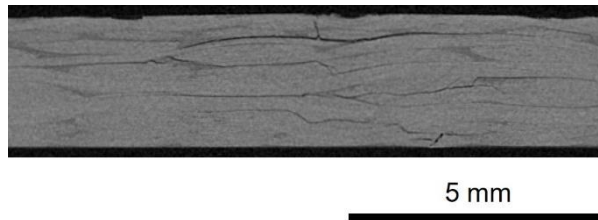


Figure 1.9 - Exemple d'endommagements internes suite à un impact à basse vitesse d'un composite renforcé de fibres de carbone [Wronkowicz-Katunin et al. 2021].

1.3.1 Etude de l'impact sur des stratifiés lin/époxy

Dans la littérature, on trouve différentes études sur le comportement à l'impact des composites à renfort de lin, essentiellement pour des stratifiés à renfort UD ou des tissés. Par exemple et de manière non exhaustive, Sy et al. [Sy et al. 2018] ont travaillé sur des stratifiés lin/époxy à renforts UD. L'un était un composite unidirectionnel et l'autre à plis croisés. Les deux stratifiés ont présenté un comportement fragile, avec des capacités similaires d'absorption d'énergie pour de faibles énergies d'impact. A ce jour, peu d'études ont comparé les résultats obtenus sur des composites à fibres de lin avec ceux de stratifiés similaires à fibres de verre. Panciroli et Giannini [Panciroli and Giannini 2021] ont comparé la réponse à l'impact de stratifiés quasi-isotropes constitués soit de tissus de lin soit de plis de verre unidirectionnels, et d'une matrice époxy. Les essais d'impact ont été réalisés à des niveaux d'énergie de 3 J, 5 J, 10 J, 15 J et 20 J pour les stratifiés de lin et de 5 J, 10 J, 15 J, 20 J et 30 J pour les stratifiés de verre. Ils ont observé que lorsque la force d'impact est supérieure à 1,5 kN, les courbes charge-temps des composites de lin présentent des oscillations notables. À ce stade, un plateau apparaît dans les courbes force-déplacement correspondant à l'évolution des dommages à l'intérieur du stratifié. En comparaison, une force d'impact de 6,5 kN était nécessaire pour que ce phénomène se produise dans le stratifié

verre/époxy. Dans une étude réalisée par A. Cuynet [Cuynet 2018], l'application de l'imagerie rapide a mis en évidence la présence des endommagements dans le composite sergé lin/époxy par observation de la fissure créée au cours de l'impact qui est bien détectable à l'endroit de la déflexion maximale sur la face arrière mais invisible ou difficilement détectable à l'œil nu après impact. Dans cette même étude, le comportement à un impact de 10J de composites lin/époxy a été comparé à celui de composites verre/époxy, pour différentes épaisseurs de plaques (à 4 , 6 et 8 plis). Les deux matériaux ont été fabriqués par infusion sous vide à partir de renforts tissés de type sergé 2/2. La fraction volumique des fibres de verre est environ deux fois plus élevée que celle des fibres de lin. Il a été conclu que pour une même masse d'éprouvette, le composite lin/époxy est capable de concurrencer celui du verre/époxy sur certains aspects.

Pour les stratifiés de lin de type UD-mat/époxy faits du même type de renforts que ceux utilisés dans cette thèse, Habibi et al. [Habibi et al. 2019b] ont analysé la réponse à l'impact à l'aide d'impacteurs coniques présentant différents angles d'ouverture. Il a été conclu que lors d'impacts à faible vitesse, l'angle d'ouverture de l'impacteur a un effet important sur les dommages induits. Un angle très grand (impacteur plus plat) et une énergie d'impact plus élevée ont généré des zones plus endommagées. Après l'impact, les propriétés en traction et compression du composite ont été diminuées. Une autre étude réalisée par Marmonnier et al. [Marmonnier et al. 2022] sur les mêmes renforts lin UD-mat a montré que l'apport du liant mat devient bénéfique à partir d'une énergie d'impact de 12 J. À ce niveau d'énergie, les composites UD-mat/époxy ont une capacité de restitution d'énergie supérieure à celle des UD/époxy, évitant ainsi une perforation complète de l'éprouvette.

1.3.2 Technique de la tour de chute

Le comportement des composites soumis à des impacts à faible vitesse dépend de plusieurs facteurs tels que l'interface fibre-matrice, la fraction volumique de fibres, l'architecture et l'orientation des fibres et le type de matrice [Bensadoun et al. 2017]. La méthode la plus utilisée pour caractériser la réponse d'un composite soumis à un impact à basse vitesse est celle utilisant une tour de chute [de Vasconcellos 2013]. Notons que la technique d'essai Charpy n'est pas recommandée pour les composites en raison de leur caractère anisotrope [Duell 2004; Ku et al. 2005]. Grâce à la technique de tour de chute, plusieurs paramètres servant à analyser le comportement à l'impact sont obtenus, tel que l'énergie absorbée, la force d'impact, le déplacement de la traverse et la vitesse d'impact. A partir de ces informations, les courbes force-

temps, force-déplacement et énergie-temps sont construites. Ces courbes permettent d'analyser la réponse du matériau à l'impact. Les informations tirées des différentes courbes sont présentées dans ce qui suit.

Des propriétés caractéristiques

La force d'impact

La force d'impact, enregistrée par la cellule de charge, est d'abord présentée en fonction du temps.

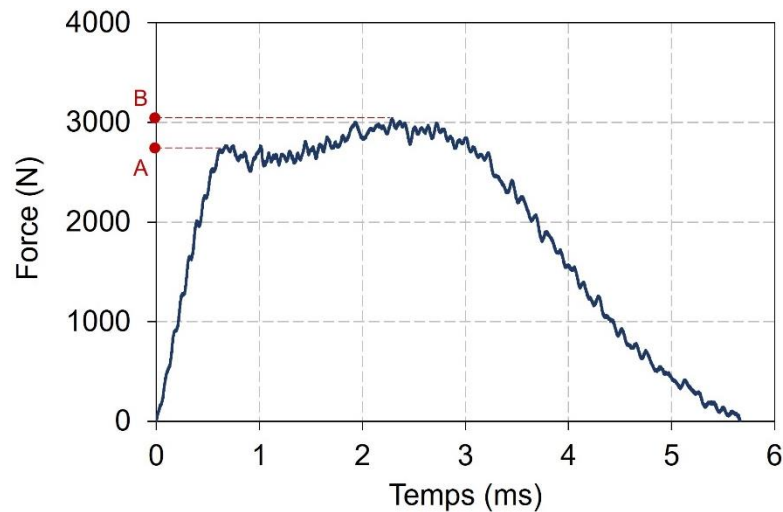


Figure 1.10 – Courbe force-temps obtenue pour un composite lin/époxy [0/90]_{2s} lors d'un impact à 5J.

Un exemple d'une courbe force-temps, pour un composite lin/époxy, est présentée dans la Figure 1.10, où plusieurs informations peuvent être obtenues. Tout d'abord la force augmente presque linéairement dans la partie élastique jusqu'à une valeur qui représente le seuil d'endommagement (point A sur la courbe) [Scarponi et al. 2009; Davies and Irving 2015]. Dépendant du matériau, ce point peut coïncider avec la force maximale. Dans le cas présent, entre le point A et le point B (force maximale sur la courbe) les endommagements s'initient et se propagent [Davies and Irving 2015].

Après le point B la force diminue graduellement jusqu'à zéro. Cette diminution se produit avec le retour élastique de l'impacteur [Davies and Irving 2015]. Le temps de contact entre l'impacteur et l'éprouvette correspond à l'intervalle de temps pendant lequel la force est supérieure à zéro.

Le déplacement

Bien que le déplacement soit enregistré en fonction du temps, la courbe force-déplacement (Figure 1.11) est plutôt utilisée pour analyser la réponse du matériau. Le déplacement maximal, le déplacement permanent, la force maximale et le seuil d'endommagement peuvent être déduits de cette courbe. Une réponse élastique est d'abord enregistrée jusqu'au seuil d'endommagement [de Vasconcellos 2013] suivie par une propagation progressive de l'endommagement. Au-delà du seuil d'endommagement, une variation de la rigidité se produit, indiquant une dégradation structurale [Scarponi et al. 2009]. D'après cette courbe, il est évident que les phases de chargement et de déchargement ne coïncident pas. Lorsque la courbe forme une boucle fermée comme celle-ci, cela montre que l'énergie d'impact utilisée n'était pas suffisamment élevée pour perforer complètement l'éprouvette. L'impacteur va donc rebondir et une partie de l'énergie sera restituée sous forme d'énergie élastique comme le montre la Figure 1.11.

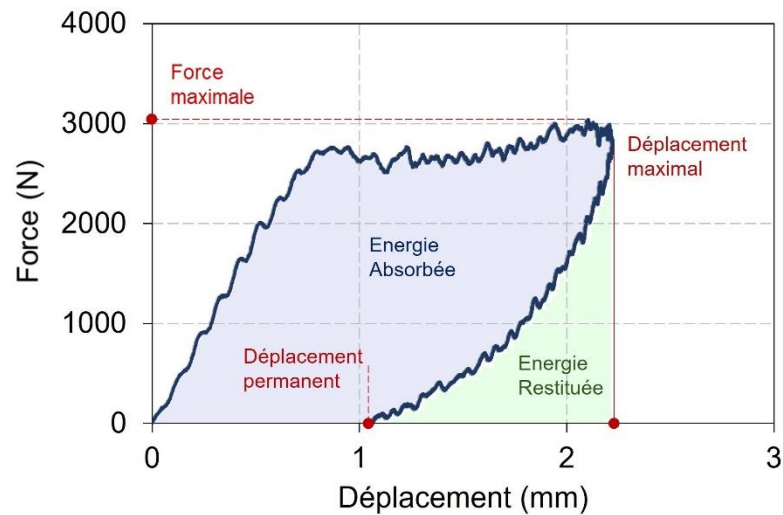


Figure 1.11 – Courbe force-déplacement obtenue pour un composite lin/époxy $[0/90]_{2S}$ lors d'un impact à 5J.

Comme l'impacteur et l'éprouvette restent en contact tout au long de l'essai, le déplacement mesuré de l'impacteur peut être considéré comme égal à celui de l'éprouvette. Avec la courbe force-déplacement, il est aussi possible de déterminer les énergies absorbée et restituée expliquées au paragraphe suivant. Des oscillations de vibration de l'échantillon sont généralement enregistrées et paraissent dans les courbes force-temps et force-déplacement [Liang et al. 2015]. Celles-ci dépendent de la masse de l'impacteur et de l'éprouvette, de sa rigidité et du fait qu'au moment de l'impact les grandeurs cinématiques varient brusquement [Reis et al. 2012].

L'énergie absorbée et l'énergie restituée

L'énergie absorbée est déterminée en calculant l'aire de la surface de la boucle charge-décharge de la courbe force-déplacement (Figure 1.11). L'énergie restituée correspond à l'aire de la surface sous la courbe de décharge.

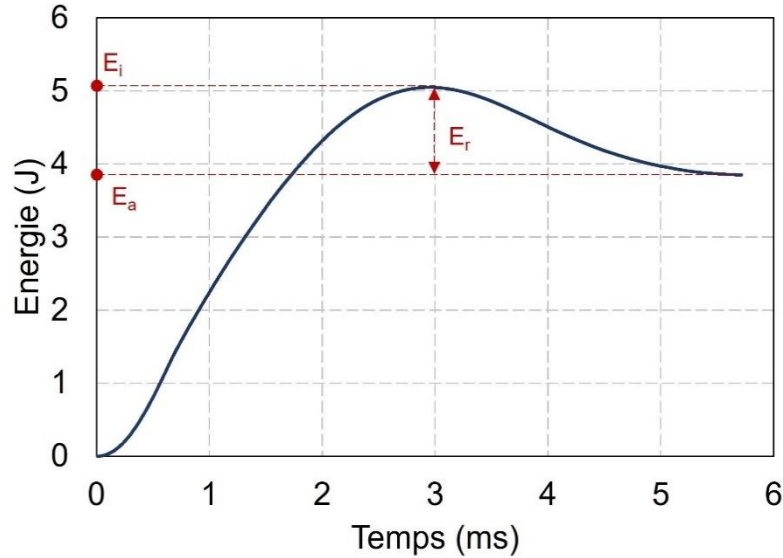


Figure 1.12 – Courbe énergie-temps obtenue pour un composite lin/époxy [0/90]_{2s} lors d'un impact à 5J.

Il est également possible de suivre l'évolution de l'énergie, $E(t)$, pendant l'impact à l'aide de l'équation suivante :

$$E(t) = \int_0^t F(t) \left[v_0 - \int_0^t \frac{F(t)-P}{m} dt \right] \quad (\text{Eq. 1.1})$$

avec $F(t)$ la force d'impact, v_0 la vitesse initiale à $t_0 = 0$ s (lorsque l'impacteur entre en contact avec l'éprouvette), P le poids de l'impacteur, m la masse de l'impacteur.

La Figure 1.12 montre une courbe typique énergie-temps obtenue par ce calcul. L'énergie maximale atteinte correspond à l'énergie d'impact, notée E_i , laquelle correspond à l'énergie cinétique juste avant l'impact ($E_i = \frac{1}{2} mv^2$).

Lors du retour élastique, l'énergie décroît en fonction du temps jusqu'à ce qu'elle atteigne un plateau représentant l'énergie absorbée (E_a) [Reis et al. 2012]. La perte de contact entre l'impacteur et l'éprouvette correspond au début du plateau de la courbe [Reis et al. 2012]. L'énergie élastique restituée (E_r) correspond à la différence entre l'énergie d'impact et l'énergie

absorbée [Scarponi et al. 2009].

1.3.3 L'analyse des endommagements

1.3.3.1 Analyse de la face impactée et de la face arrière

Habibi et al. [Habibi et al. 2019b] ont constaté que pour de faibles niveaux d'énergie, les fissures sur la face arrière de l'éprouvette sont principalement orientées parallèlement aux fibres UD dans les composites lin UD-mat/époxy qu'ils ont étudiés. Elles sont dues à des ruptures de la matrice en traction. Au fur et à mesure que l'énergie d'impact augmente, des fissures transverses commencent à apparaître et la zone d'endommagement s'étend (Figure 1.13a). Les auteurs ont aussi identifié des fibres rompues, du délaminage et des fissures de la matrice en cisaillement. Sy et al. [Sy et al. 2018] ont aussi constaté que la majorité des fissures se propagent dans la direction longitudinale pour des composites UD de lin/époxy. Pour les stratifiés à plis croisés, des endommagements en forme de croix et de papillon sont apparus respectivement sur la face arrière et la face impactée pour des niveaux d'énergie élevés (Figure 1.13b). Panciroli et Giannini [Panciroli and Giannini 2021] ont constaté une forme croisée d'endommagement externe pour des stratifiés quasi-isotropes de type lin tissé/époxy. Ramakrishnan et al. [Ramakrishnan et al. 2021] ont observé un endommagement en croix selon la direction des fils pour les éprouvettes lin tissé/époxy impactés à de hauts niveaux d'énergie. Bensadoun et al. [Bensadoun et al. 2017] ont montré que pour des composites lin/époxy, tissés et quasi-UD croisés, l'endommagement sur la face arrière se propage en forme de croix selon la direction des fils. Des études sur des composites chanvre/époxy à renforts tissés ont aussi été réalisées. Notamment, Scarponi et al. [Scarponi et al. 2016] ont constaté que les fissures sur la face arrière des éprouvettes ont la forme d'une croix pour des composites chanvre tissé/époxy quasi-isotropes. Vasconcellos et al. [de Vasconcellos et al. 2014a] ont observé, pour un composite chanvre tissé/époxy à configuration croisée, une orientation des fissures en forme de croix orientée à 45° par rapport aux fils du tissu, forme géométrique dominante sur la face arrière de l'éprouvette.

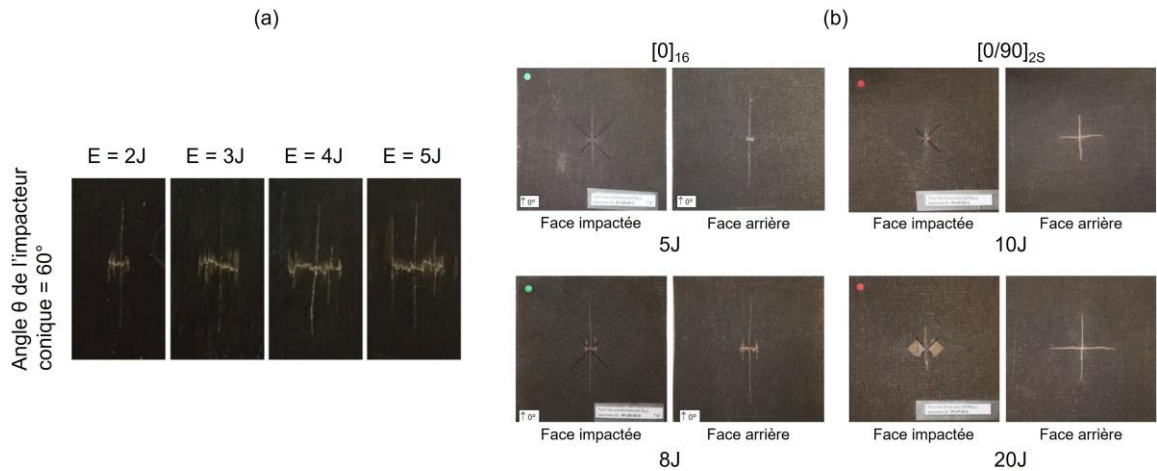


Figure 1.13 – Endommagements des éprouvettes de composites à renforts de lin : a) face arrière pour un lin UD-mat époxy [Habibi et al. 2019b], b) face frontale et face arrière pour un lin UD époxy [Sy et al. 2018]

1.3.3.2 Analyse des endommagements dans l'épaisseur

Différentes techniques d'analyse d'endommagement internes peuvent être utilisées après un essai d'impact:

- Le C-scan ultrasonique est une méthode non destructive utilisée pour déterminer l'étendue globale des dommages internes d'une pièce, notamment la surface de délaminage, en projetant les endommagements en volume sous forme de cartographie bidimensionnelle C-scan ou B-scan [Ahmed et al. 2007; Li et al. 2020; Pascoe 2021]. Néanmoins, cette technique ne permet pas de localiser facilement l'endommagement dans l'épaisseur.

- La microscopie optique est aussi utilisée pour observer l'endommagement dans l'épaisseur d'une section transverse polie de l'éprouvette [de Vasconcellos 2013; Barbière 2020]. Elle se limite à une seule section 2D (ou plusieurs en coupant successivement à plusieurs endroits), de sorte qu'elle nécessite la découpe de l'éprouvette testée et donc sa destruction.

- La microtomographie, qui est une technique non-destructive performante, permet de détecter des endommagements avec une résolution qui peut aller jusqu'à quelques micromètres [Hipsley et al. 2020]. Grâce à cette technique, il est possible de construire des images en 3D de l'éprouvette [Paturel and Dhakal 2020] et d'analyser en volume les zones endommagées.

Liang et al. [Liang et al. 2015] ont étudié par microscopie optique sur des coupes transverses l'effet d'un impact à faible vitesse sur des stratifiés de lin/époxy quasi-isotropes [0/90/±45]2s. Ils ont constaté que les dommages internes se sont d'abord développés dans les couches inférieures pour ensuite se propager vers le centre de l'éprouvette avec l'augmentation de l'énergie d'impact.

Enfin, la littérature s'entend sur le fait que l'endommagement interne induit par un impact sur les stratifiés a une forme conique dans l'épaisseur [Petit et al. 2007; Tan et al. 2011; de Vasconcellos et al. 2014a; Sy et al. 2018; Fischer et al. 2019; Lebaupin et al. 2019] comme montré à titre d'exemple sur la Figure 1.14.

On observe en général du délaminage, des décohésions à l'interface fibre-matrice, des fissures matricielles ainsi que des ruptures de fibres comme endommagements internes [Reis et al. 2012; Liang et al. 2015; Bensadoun et al. 2017].

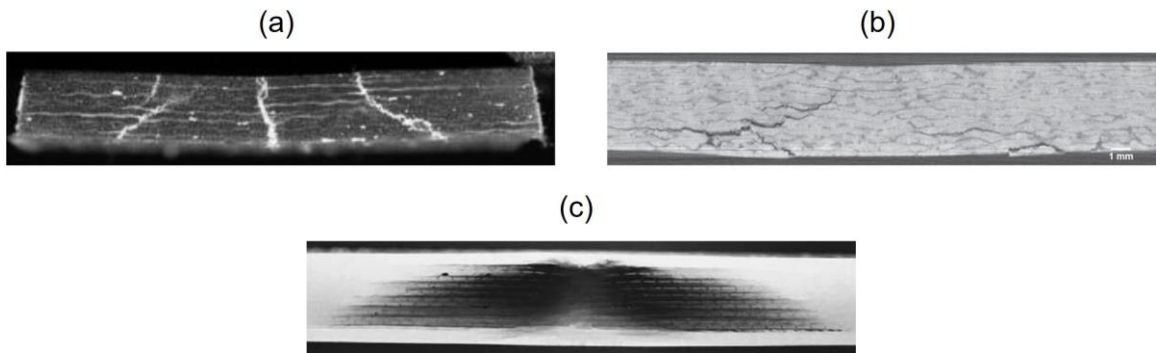


Figure 1.14 – Observations (a) et (b) microscopiques et (c) par microtomographie des endommagements d'éprouvettes de stratifiés impactés de : (a) lin/époxy [Sy et al. 2018], (b) lin/PLA-PP [Fischer et al. 2019] et (c) verre/polyester [Shyr and Pan 2003].

1.4 Comportement en traction quasi-statique

Les essais de traction permettent d'évaluer la rigidité et la résistance des composites avant et après impact, données qui sont indispensables pour la conception et le design de structures. Du fait de la nature anisotrope et complexe des fibres végétales, leur présence dans les biocomposites ajoute un degré de complexité supplémentaire pour la prédiction et l'analyse du comportement de ces matériaux vis-à-vis des composites à fibres synthétiques. Ce paragraphe va détailler le comportement mécanique en traction des biocomposites, en particulier ceux à fibres de lin, en vue de présenter leur comportement avant et après impact.

1.4.1 Généralités

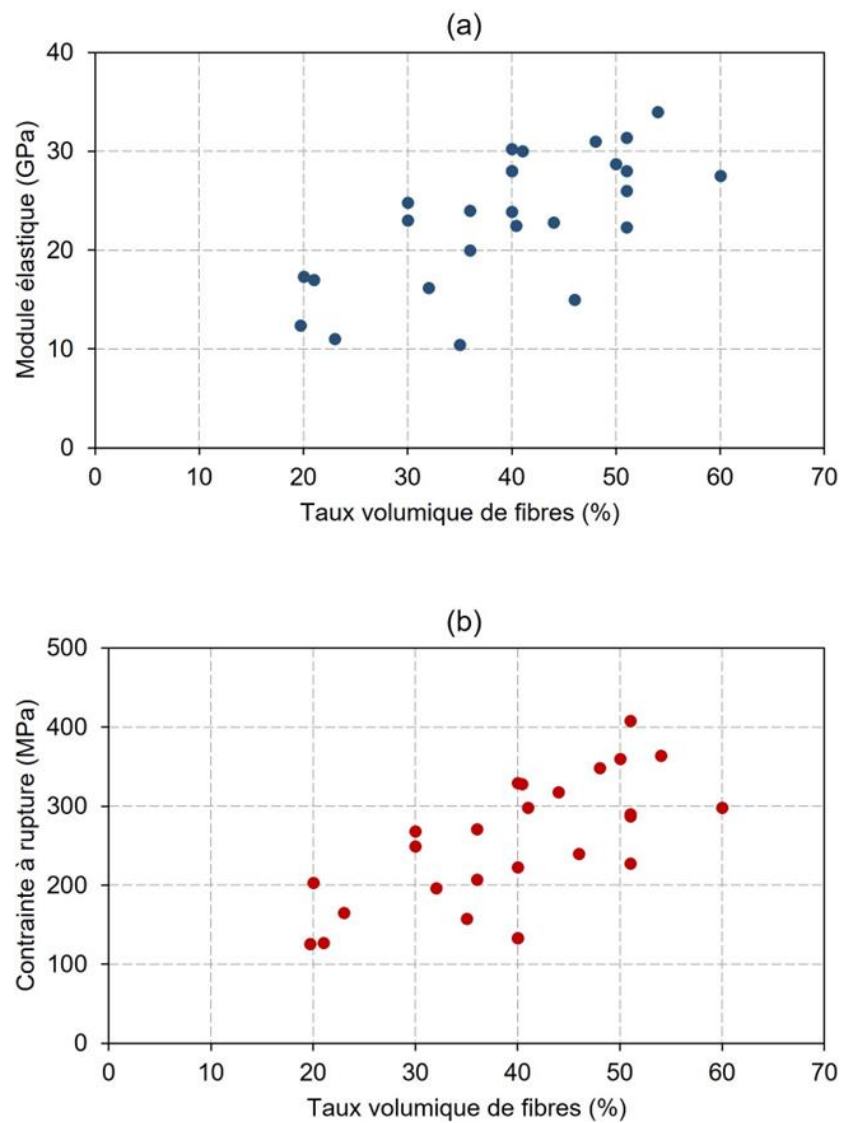


Figure 1.15 – Valeurs rapportées de la littérature de (a) la rigidité et de (b) la contrainte à rupture des UD de lin-époxy en fonction du V_f . - Résultats regroupés à partir des articles de revue de [Baley et al. 2021; Rahman 2021].

La Figure 1.15 regroupe plusieurs données tirées de la littérature sur la rigidité et la contrainte à la rupture en traction en considérant uniquement des composites UD de lin/époxy. Malgré la dispersion observée, on constate que la rigidité et la contrainte à la rupture augmentent avec le taux volumique de fibres. Il est connu dans la littérature que la rigidité et la contrainte à la rupture des composites UD à fibres de lin évoluent de manière proportionnelle avec la fraction volumique des fibres [Khalfallah et al. 2014; Yan et al. 2014; Habibi et al. 2017a; Baley et al. 2018; Rahman 2021]. D'autre part, Baley et al. [Baley et al. 2018] ont montré que le module d'élasticité en traction de composites UD de lin à matrices thermodurcissable (époxy) et thermoplastique (PA11) dépend principalement de la rigidité des fibres. Charlet et al. [Charlet et al. 2007] ont montré que la dispersion des propriétés mécaniques des composites UD lin/époxy suit une tendance comparable à celle des fibres individuelles. Il est noté que la contrainte à la rupture dépend non seulement de la rigidité des fibres qui est influencée par des paramètres de rouissage et d'extraction des fibres récoltées, mais aussi des procédés de fabrication des plaques en composite [Baley et al. 2021].

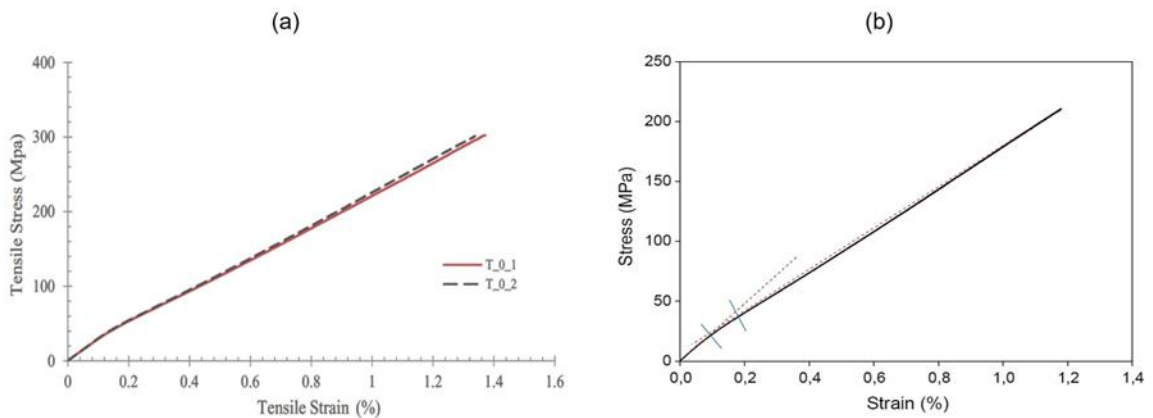


Figure 1.16 – Courbes contrainte-déformation des composites UD de (a) lin/époxy [Saadati et al. 2020] et (b) lin/Elium [Haggui et al. 2019] montrant un comportement bilinéaire.

Par ailleurs, tel qu'illustré à la Figure 1.16, les composites UD à fibres de lin montrent un comportement bilinéaire en traction. Généralement, les deux parties linéaires de la courbe contrainte-déformation se rencontrent à un point caractéristique appelé "genou" [Assarar et al. 2011; Shah et al. 2012; Ameri et al. 2016; Bensadoun et al. 2016; Couture et al. 2016; Haggui et al. 2019; Bernaoui et al. 2022]. La pente de la première partie représente le module d'élasticité du matériau. De ce fait, les dispersions de module d'élasticité obtenues dans la littérature dépendent de l'intervalle de déformation utilisé pour déterminer ce module. À l'inverse, les composites UD

de verre présentent un comportement quasi-linéaire et fragile avec peu de dispersion du module d'élasticité [Liang 2013; Altanopoulos and Raftoyiannis 2020].

1.4.2 Influence d'un impact à basse vitesse sur le comportement en traction

La détermination du comportement résiduel en traction après impact est une étape nécessaire pour l'étude du comportement à long terme en fatigue. Le comportement mécanique en fatigue après impact est très peu étudié dans la littérature pour des composites à fibres naturelles, notamment de lin. Différentes études sont rapportées pour des composites principalement à fibres de carbone. Pour les composites à fibres naturelles, plusieurs travaux portent sur le comportement post-impact en quasi-statique [Santulli 2001; Ahmed et al. 2007; Liang et al. 2015; Bensadoun et al. 2017; Cuynet et al. 2018; Habibi et al. 2018; Habibi et al. 2019b; Lebaupin et al. 2019; Li et al. 2020; Leroy et al. 2021] mais la fatigue après impact n'est que très peu étudiée. Yuanjian et Isaac ont comparé le comportement en fatigue (traction-traction) après impact de composites de chanvre de type mat/polyester avec des composites verre/polyester. Le comportement en fatigue après impact de composites de chanvre/époxy a quant à lui été étudié par de Vasconcellos et al. [de Vasconcellos et al. 2014a]. De plus, A. Cuynet [Cuynet 2018] a étudié le comportement en fatigue de type flexion de composites de sergé lin/époxy après impact.

Jusqu'à présent, aucune publication ne semble porter sur le comportement en fatigue après impact des composites à renforts de lin UD-mat similaires à cette thèse. De plus, en raison de la variabilité des épaisseurs des échantillons, de la différence des matériaux et des techniques utilisées, les propriétés résiduelles après impact sont difficilement comparables entre les différents travaux de la littérature. Cependant, il est possible d'obtenir certains renseignements sur la tendance de la réponse des biocomposites après impact.

L'étude des propriétés résiduelles en traction après impact réalisée par Habibi et al. [Habibi et al. 2018] sur des composites de lin mat/époxy a montré que ces propriétés sont fortement affectées par l'impact, tel que présenté à la Figure 1.17.

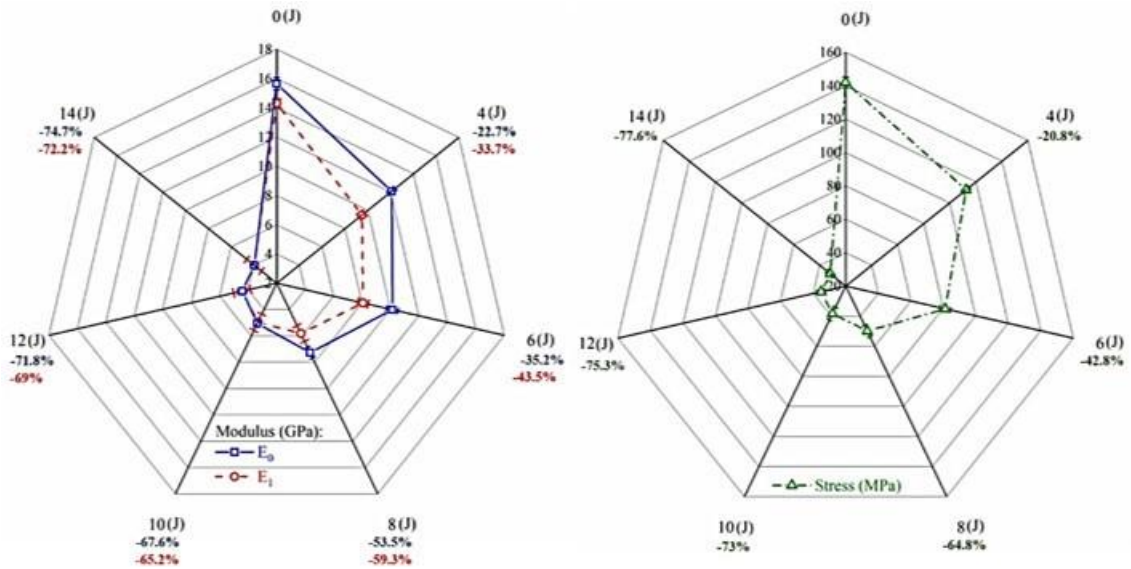


Figure 1.17 – Evolution du module élastique résiduel en fonction de l'énergie d'impact pour un composite mat lin/époxy [Habibi et al. 2018].

Dans une autre étude réalisée par Habibi et al. [Habibi et al. 2019b] sur des composites lin UD-mat/époxy, les auteurs ont observé que la résistance en traction du composite se dégrade significativement après impact (voir Figure 1.18). Dès 2J, la contrainte résiduelle est 10% plus faible que la contrainte du composite sain. A 5J, une chute de 41% a été détectée. Cette chute importante est engendrée par la présence d'endommagements plus significatifs à 5J. De cette même étude et par une analyse qualitative des courbes contrainte-déformation de la Figure 1.18, il apparaît que le module d'élasticité est très peu affecté par l'impact.

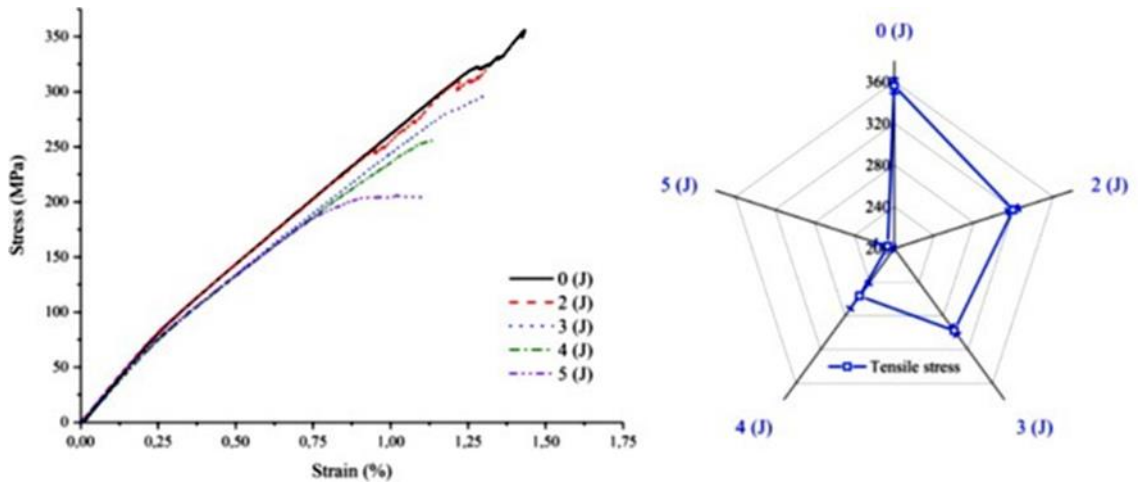


Figure 1.18 – Evolution de la contrainte résiduelle en fonction de l'énergie d'impact pour un composite UD-mat lin/époxy unidirectionnel [Habibi et al. 2019b].

Par ailleurs, Yuanjian et Isaac [Yuanjian and Isaac 2008] ont montré que, pour des composites verre/polyester $[0/90]_{2s}$, la résistance résiduelle en traction diminue lorsque le seuil d'énergie d'impact est atteint entre 5J et 10J (voir Figure 1.19a). La même tendance a été observée pour la rigidité (voir Figure 1.19b).

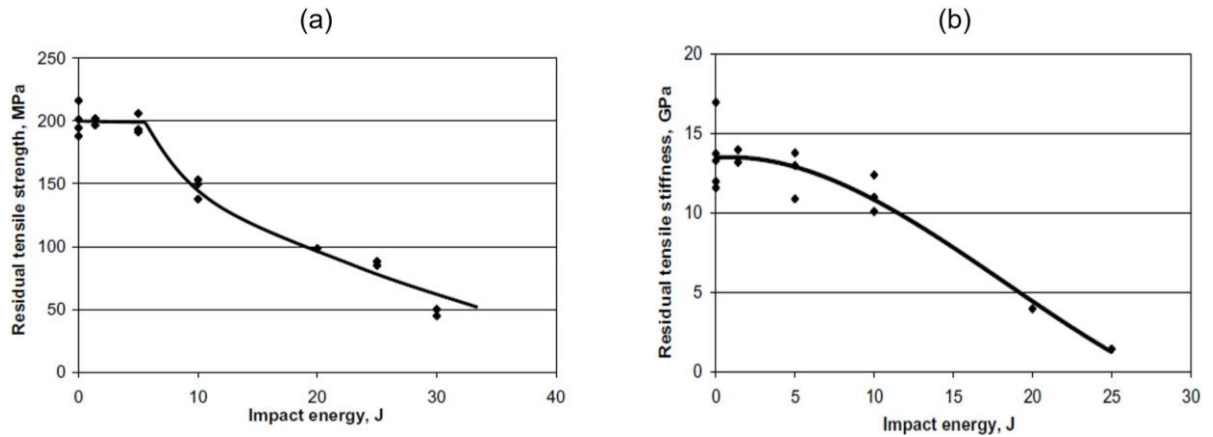


Figure 1.19 – Evolution des propriétés résiduelles en traction : (a) contrainte à la rupture et (b) module élastique résiduel en fonction de l'énergie d'impact pour des composites verre/polyester $[0/90]_{2s}$ [Yuanjian and Isaac 2008].

Les mêmes auteurs ont montré que la résistance résiduelle à la rupture et la rigidité diminuent dès la moindre énergie d'impact pour un composite verre/polyester de type $[\pm 45]_4$ et pour un composite de chanvre de type mat/polyester [Yuanjian and Isaac 2007] (voir Figure 1.20). Cette différence s'explique par le fait que pour les stratifiés $[0/90]_{2s}$, les fibres supportent la charge de traction, des énergies d'impact suffisamment élevées pour casser les fibres sont donc nécessaires pour voir une dégradation des propriétés en traction. Tandis que dans les composites à $[\pm 45]_4$ ou dans les composites à renfort mat, la matrice et les interfaces sont les plus sollicitées.

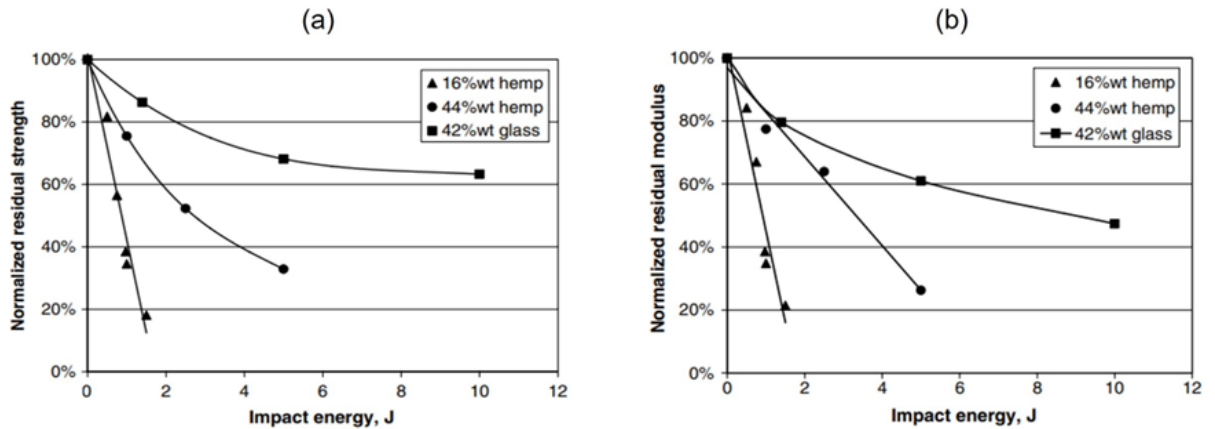


Figure 1.20 – Evolution des propriétés résiduelles en traction : (a) contrainte à la rupture et (b) module d'élasticité en fonction de l'énergie d'impact pour des composites de chanvre mat/polyester en comparaison avec des composites verre/polyester $[\pm 45]_4$ [Yuanjian and Isaac 2007].

De Vasconcellos et al. [de Vasconcellos et al. 2014a] ont montré que la contrainte de traction résiduelle commence à diminuer progressivement dès l'énergie minimale appliquée de 2.5J (voir Figure 1.21a). Cependant, pour la plage d'énergies d'impact considérée, un impact à basse énergie n'a aucune influence sur le module d'élasticité d'un composite tissé chanvre/époxy (voir Figure 1.21b).

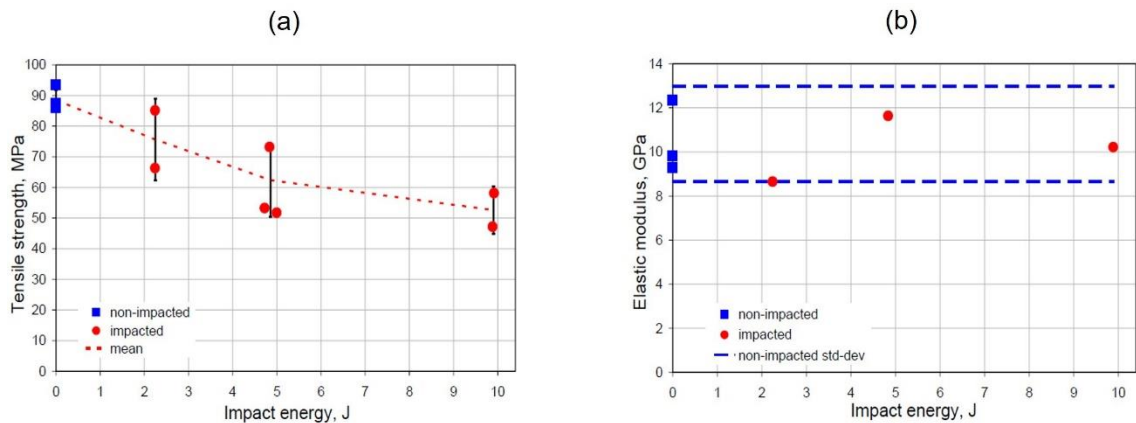


Figure 1.21 – Evolution des propriétés résiduelles en traction : (a) contrainte à la rupture et (b) module d'élasticité en fonction de l'énergie d'impact pour des composites tissés chanvre/époxy $[0/90]_7$ [de Vasconcellos et al. 2014a].

Dans la littérature, il semble qu'un impact à basse énergie n'a pas d'influence importante sur le module d'élasticité des composites avec une forte proportion de fibres orientées longitudinalement [de Vasconcellos 2013].

1.5 Comportement en fatigue (traction-traction) et influence d'un impact

La fatigue est souvent responsable de la défaillance des structures même pour des sollicitations cycliques très inférieures à la contrainte de rupture du matériau. De plus, après un impact, le comportement d'un matériau peut être affaibli. Il est donc essentiel de caractériser le comportement des matériaux en fatigue après impact.

1.5.1 Paramètres et influence sur la durée de vie en fatigue

Les différents paramètres pris en compte pour réaliser des essais de fatigue avec le pilotage en charge sont : la contrainte maximale appliquée (σ_{max}), le rapport de charge (R), la fréquence de sollicitation (f), et concernant le matériau : le pourcentage volumique de fibres (V_f), l'architecture du renfort et la séquence d'empilement des composites.

Le rapport de charge (R) :

Rapport entre les contraintes minimales et maximales appliquées durant chaque cycle (Figure 1.22). Ce rapport est défini par l'équation suivante :

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (\text{Eq. 1.2})$$

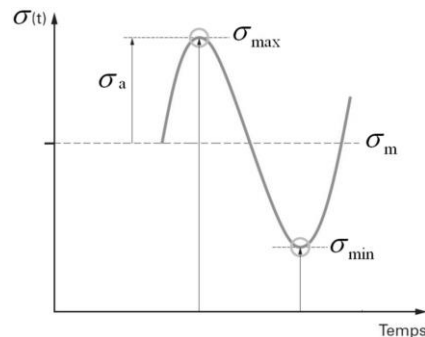


Figure 1.22 – Représentation de la variation sinusoïdale de la charge au cours d'un cycle d'essai de fatigue, traction-traction uniaxiale [Liang 2013].

En général, le cycle de chargement uniaxial est sinusoïdal et varie autour d'une valeur contrainte moyenne notée σ_m . Le rapport de charge R est lié au type de chargement appliqué de la façon suivante :

- $R > 1$: compression-compression ;
- $0 < R < 1$: traction-traction ;

— $R < 0$: traction-compression.

Pour des essais de fatigue traction-traction, l'augmentation du rapport de charge entraîne une augmentation du nombre de cycles à la rupture (Figure 1.23) pour des composites à fibres naturelles [Caprino and D'Amore 1998; Epaarachchi and Clausen 2003; Shah et al. 2013]. Pour les composites à fibres de verre, une augmentation de la durée de vie en fatigue traction-traction avec le rapport de charge a été aussi démontrée pour des stratifiés unidirectionnels et à configuration $[\pm 45^\circ]$. Cette affirmation est basée sur une étude réalisée par Ma et al. [Ma et al. 2022], où des résultats obtenus par Andersen et al. [Andersen and Kensche 1996] ont été regroupés et analysés.

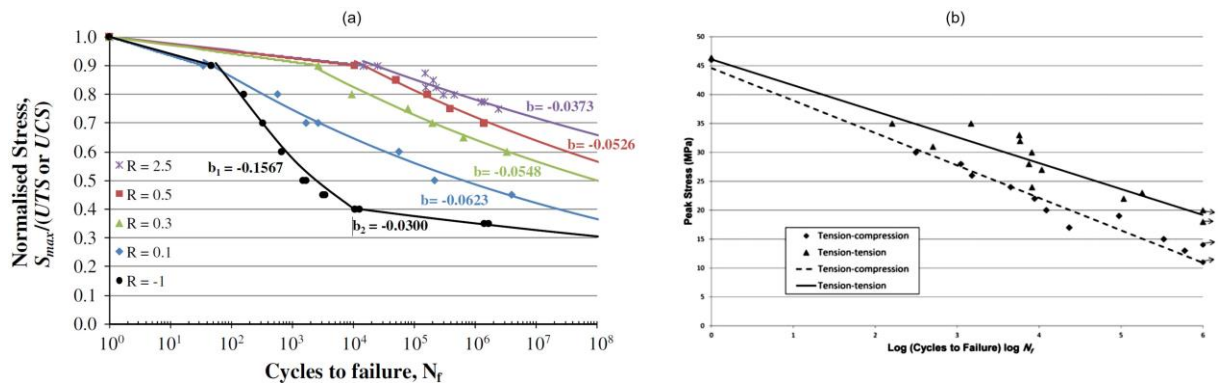


Figure 1.23 – Influence du rapport de charge sur la durée de vie en fatigue pour : (a) un composite UD de lin/polyester [Shah et al. 2013] et (b) un mat de chanvre/polyester [Shahzad and Isaac 2014].

Cette dépendance au rapport de charge, que ce soit pour des stratifiés à fibres naturelles ou de verre, s'explique par le fait que l'amplitude du chargement diminue lorsque le rapport de charge augmente. Par conséquent, le matériau est soumis à des gradients de contraintes et de déformations moins importants. Cela se traduit par une plus faible croissance des fissures et une cinétique d'endommagement plus lente, et donc par une plus grande durée de vie. De plus, il a été constaté que la durée de vie des composites en fatigue traction-compression est plus faible que celle en fatigue traction-traction [Shah et al. 2013; Shahzad and Isaac 2014; Ma et al. 2022].

La fréquence (f) :

Lors d'un essai de fatigue, les fibres et la matrice frottent l'une contre l'autre, ce qui entraîne la libération d'une certaine quantité d'énergie. Celle-ci s'ajoute à l'énergie de dissipation visqueuse de la matrice polymère qui a un comportement viscoélastique. Ces énergies se combinent et se dissipent sous forme de chaleur, d'où le phénomène d'auto-échauffement. Ainsi il est nécessaire de contrôler la température de l'éprouvette lors d'un essai de fatigue afin d'éviter qu'elle ne s'approche trop de la température de transition vitreuse (T_g) du polymère. Dans la littérature, il est

admis que l'augmentation de la fréquence mène à une augmentation de la température interne du matériau [Sawadogo 2009; Liang et al. 2012; El Sawi et al. 2014; Jeannin et al. 2019] et donc à une diminution significative de la durée de vie en fatigue. Le choix de la fréquence doit donc être un compromis entre l'effet d'auto-échauffement et la durée des essais de fatigue.

Le taux volumique de fibres (V_f) :

Normalement, l'augmentation du V_f mène à une amélioration de la contrainte maximale en traction quasi-statique. Cependant, pour des chargements cycliques, il semblerait qu'au-delà d'une valeur limite du V_f de 40%, la résistance à la fatigue a tendance à diminuer. Mandell et al. [Mandell et al. 1999] suggèrent qu'une augmentation de V_f au-delà d'un intervalle compris entre 35% et 45% augmente le nombre d'interfaces fibre-matrice et les contacts entre les fibres elles-mêmes. Des microfissures ont alors tendance à se développer aux interfaces fibre-matrice où les gradients de contrainte et de déformation sont plus élevés [de Vasconcellos 2013; Shah et al. 2013].

L'architecture du renfort et l'orientation des fibres :

Liang et al. [Liang et al. 2014a] ont réalisé des tests de fatigue sur des composites lin/époxy avec différentes orientations des plis. Les courbes de Wöhler obtenues montrent l'influence de l'orientation sur la durée de vie en fatigue (Figure 1.24a). Bensadoun et al. [Bensadoun et al. 2016] ont montré, pour des composites lin/époxy, que la durée de vie en fatigue augmente pour des tissus sergé ou croisé par rapport à des composites à fibres courtes (figure 1.24b). De même, ils ont constaté que la durée de vie des composites à renfort sergé est plus faible que celle obtenue avec des renforts UD.

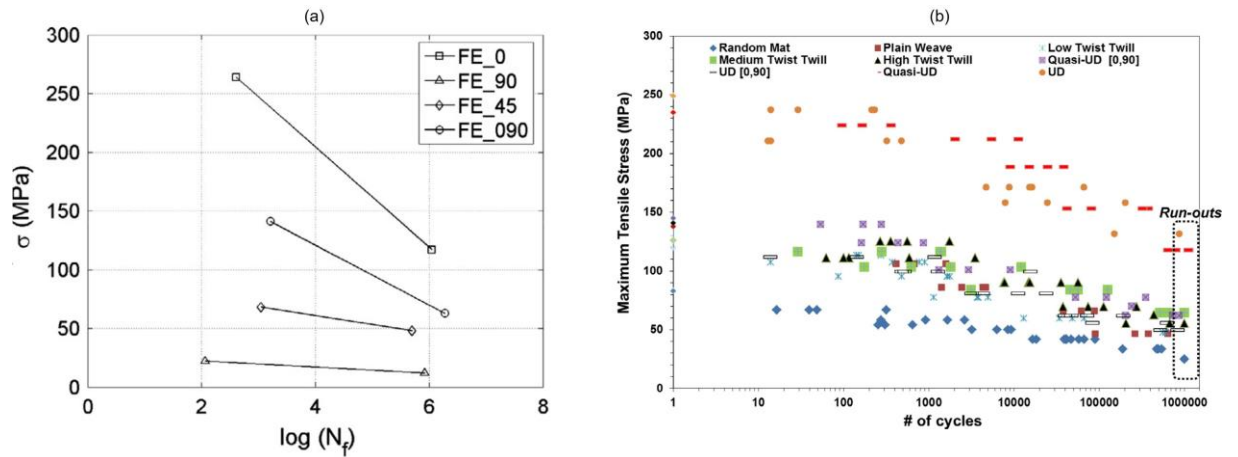


Figure 1.24 – Courbes de Wöhler pour des composites lin/époxy à $R = 0,1$ et $f = 5$ Hz pour différentes architectures et orientations de renfort : (a) étude de Liang [Liang et al. 2014a] et (b) Bensadoun et al. [Bensadoun et al. 2016].

En comparant le comportement en fatigue de composites jute/époxy faits de renforts différents, Gassan [Gassan 2002] a montré que l'endommagement se propage plus rapidement dans le composite à renforts tissés que dans le composite UD. Il a constaté que la charge critique d'initiation des endommagements dans le composite UD est plus élevée que dans le composite tissé. Dans un article de revue par Mahboob et Bougherara [Mahboob and Bougherara 2018], il a été conclu que, pour des stratifiés lin/époxy, les architectures de renfort les plus durables sont, par ordre décroissant, les UD, les 0/90 (à renforts UD), les quasi-isotropes, les tissus croisés, les ± 45 suivi des composites renforcés par des fibres courtes et enfin par les 90° . Par ailleurs, El Kadi et Ellyin [El Kadi and Ellyin 1994] expliquent que la durée de vie de stratifiés verre/époxy à renforts UD diminue lorsque l'angle d'orientation des fibres augmente. Ce résultat est attribué au fait que le mode de rupture d'un unidirectionnel est principalement contrôlé par les fibres à 0° et par la matrice lorsque les fibres sont orientées à 90° .

1.5.2 Courbes de Wöhler

Les courbes de Wöhler, connues aussi sous le nom de courbes S-N, permettent de caractériser le comportement des matériaux soumis à des chargements cycliques (en fatigue). Pour tracer ce type de courbe, les essais de fatigue sont réalisés pour un même rapport de charge et à différents niveaux de contraintes (choisies en fonction de la résistance du matériau à la rupture). La Figure 1.25 présente une courbe S-N typique, où la contrainte appliquée est tracée en fonction du logarithme du nombre de cycles à la rupture.

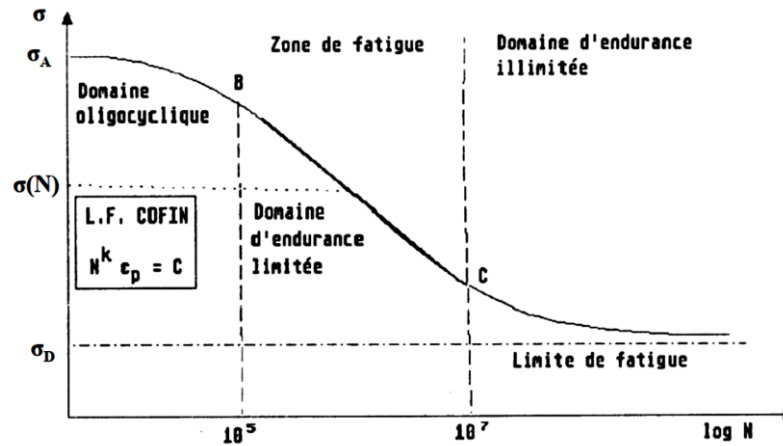


Figure 1.25 – Représentation d'une courbe typique de fatigue, nommée courbe S-N ou courbe de Wöhler [Karaouni 2001].

Tel que montré à la Figure 1.25, une courbe S-N est habituellement divisée en trois zones :

- Zone I : domaine oligocyclique ;
- Zone II : domaine d'endurance limitée ;
- Zone III : domaine d'endurance illimitée.

Dans notre étude, afin de comparer les composites à fibres de lin avec ceux à fibres de verre, le choix a été fait de tracer des courbes S-N normalisées. Ces courbes sont obtenues en divisant les niveaux de chargement maximal en fatigue par la valeur de la contrainte à la rupture en traction du matériau. Il devient alors possible de comparer les niveaux de contraintes pour les différents matériaux étudiés. Dans la littérature, la majorité des études sur la fatigue des composites à fibres naturelles se limite à un maximum de 1 million de cycles. Les essais de fatigue sont connus pour nécessiter une approche probabiliste. En effet, une variabilité significative de la durée de vie en fatigue est souvent observée lorsque l'on compare plusieurs éprouvettes du même matériau entre elles, sans doute car elles contiennent différents défauts de fabrication. De plus, les conditions

d'essais qui peuvent varier d'un test à l'autre ajoutent à la dispersion de la durée de vie.

1.5.3 Comparaison avec des composites à fibres de verre

Dans ce qui suit, une comparaison du comportement en fatigue des composites à fibres de lin avec ceux à fibres de verre sera présentée. Liang et al. [Liang et al. 2012] ont comparé le comportement en fatigue de stratifiés lin/époxy et verre/époxy à $V_f = 43\%$ avec des empilements $[0/90]_{3S}$ et $[\pm 45]_{3S}$. La figure 1.26a montre que le stratifié $[0/90]_{3S}$ verre/époxy a une plus grande résistance en fatigue que le lin/époxy dans la même configuration.

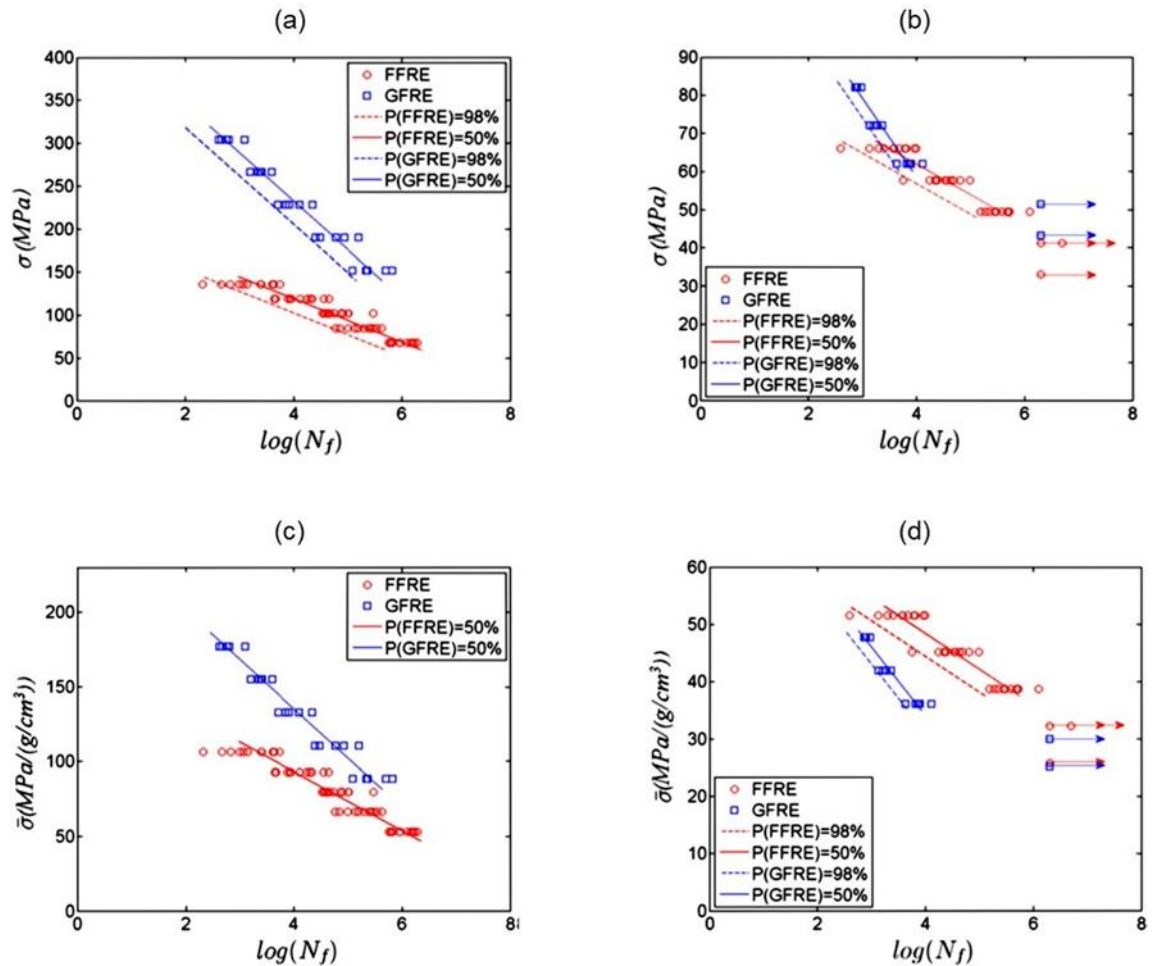


Figure 1.26 – Courbes S-N pour des composites lin/époxy (rouge) et verre/époxy (bleu) pour les configurations $[0/90]_{3S}$ et $[\pm 45]_{3S}$ respectivement avec les contraintes absolues (figures a et b) et spécifiques (figures c et d). - Figures adaptées de [Liang et al. 2012].

En se basant sur les résultats de l'évolution de la contrainte spécifique (contrainte divisée par la

masse volumique) en fonction du nombre de cycles à la rupture, les courbes S-N de lin/époxy et de verre/époxy à $[0/90]_{3S}$ se rapprochent (Figure 1.26c). D'après ces auteurs, le coefficient directeur de chaque droite semi-logarithmique de la courbe S-N pour les composites lin/époxy est deux à trois fois moins élevé que celui obtenu pour les composites verre/époxy et ce, pour les deux configurations considérées $[0/90]_{3S}$ et $[\pm 45]_{3S}$ (Figure 1.26). Il a été conclu que les composites de lin sont moins sensibles à la fatigue que les composites de verre. De plus, dans cette même étude, il a été montré que les stratifiés lin/époxy dissipent moins d'énergie que les stratifiés verre/époxy au cours d'un essai de fatigue (Figure 1.27).

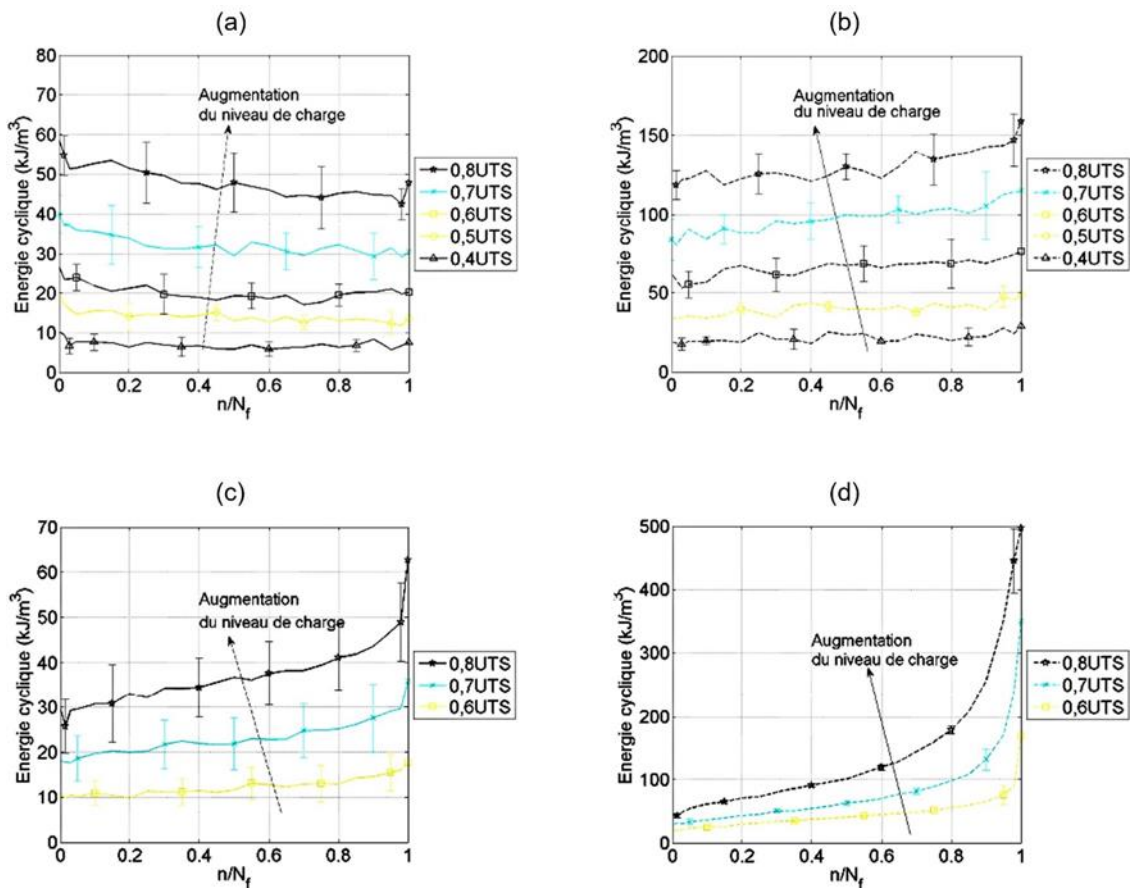


Figure 1.27 – Evolution de l'énergie dissipée des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour différents niveaux de chargement en fatigue : (a) lin/époxy $[0/90]_{3S}$, (b) verre/époxy $[0/90]_{3S}$, (c) lin/époxy $[\pm 45]_{3S}$ et (d) verre/époxy $[\pm 45]_{3S}$ [Liang 2013].

Enfin, une diminution de la rigidité de 7 à 25% est obtenue pour les stratifiés verre/époxy $[0/90]_{3S}$, tandis que pour le lin/époxy de même orientation, la rigidité augmente de 2% en moyenne (Figure 1.28a). Les auteurs expliquent ce phénomène par le réalignement des fibres de lin et des microfibrilles dans la direction de chargement, ce qui conduit à une rigidification au cours de l'essai de fatigue. Une diminution de rigidité trois fois plus faible est aussi notée pour le stratifié

de lin/époxy $[\pm 45]_{3S}$ (15 à 20%) par rapport au verre/époxy (50 à 70%) tel que montré sur la Figure 1.28b. Le lin/époxy est ainsi plus stable en fatigue que le verre/époxy, situation avantageuse pour la conception de pièces ayant la rigidité comme critère de base.

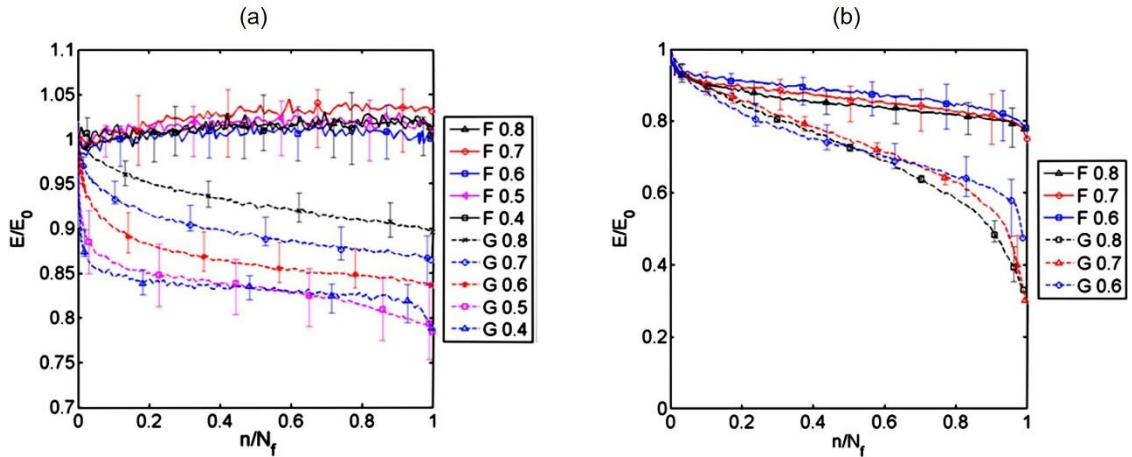


Figure 1.28 – Evolution du module sécant des éprouvettes lin/époxy (notées F) et verre/époxy (notées G) pour différents niveaux de chargement en fatigue : (a) $[0/90]_{3S}$ et (b) $[\pm 45]_{3S}$ [Liang et al. 2012].

Dans une autre étude, Liang et al. [Liang et al. 2014a] ont analysé le comportement en fatigue de composites lin/époxy $[0]_{12}$, $[90]_{12}$, $[0/90]_{3S}$ et $[\pm 45]_{3S}$. Les résultats obtenus montrent que les composites lin/époxy $[0/90]_{3S}$ sont plus sensibles à la fatigue que les autres séquences d'empilement testées. Un phénomène de rigidification a également été observé dans les $[0]_{12}$ et les $[0/90]_{3S}$ avec une augmentation du module sécant de 1 à 8% et de 2 à 4% respectivement. Cette différence est expliquée par la proportion plus élevée de fibres orientées à 0° dans les $[0]_{12}$. Il est important de noter que le phénomène de rigidification en fatigue des composites à renfort de lin contenant majoritairement des plis à 0° a souvent été observé lors des essais de fatigue [Liang et al. 2012; El Sawi et al. 2014; Liang et al. 2014b; Bensadoun et al. 2016; Jeannin et al. 2019]. A l'inverse, la rigidification n'a pas été observée dans des composites à fibres conventionnelles, spécifiquement le verre [Gamstedt et al. 1999; Liang et al. 2012].

1.5.4 La résistance en traction, un indicateur de durabilité ?

La Figure 1.29 [Shah 2014] montre un diagramme d'Ashby représentant la contrainte à la rupture en traction en fonction de la contrainte maximale appliquée en fatigue (traction-traction) menant à une durée de vie supérieure ou égale à 10^6 cycles pour des composites à fibres naturelles. D'après ce diagramme et selon les auteurs, une endurance en fatigue dépassant la limite de 10^6 cycles est directement liée à la résistance en traction de ces matériaux.

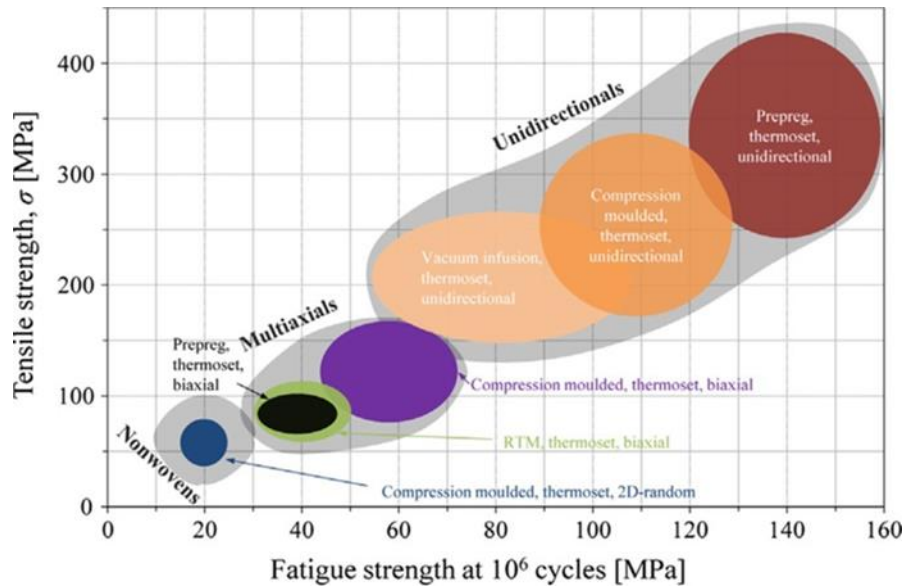


Figure 1.29 – Diagramme d’Ashby pour les composites à fibres naturelles fabriqués par différents procédés, représentant la contrainte à rupture en traction en fonction de la résistance en fatigue pour au moins 10^6 cycles [Shah 2014].

1.5.5 Fatigue post-impact

Très peu d’études traitent du comportement en fatigue post-impact des composites à fibres naturelles. Yuanjian et Isaac ont comparé le comportement en fatigue (traction-traction) post-impact de composites de mat de chanvre/polyester et de stratifiés $[\pm 45]_4$ et $[0/90]_{2S}$ en verre/polyester [Yuanjian and Isaac 2007; Yuanjian and Isaac 2008]. En construisant les courbes S-N normalisées pour les éprouvettes non-impactées et impactées (Figure 1.30), ils ont observé que les données se superposent et suivent une régression linéaire. Ainsi, il y a possibilité d’estimer la durée de vie en fatigue des composites impactés à partir de leur contrainte à la rupture en traction après impact et de leur comportement en fatigue avant impact. Cela a aussi été démontré par A. Cuynet [Cuynet 2018] suite à une étude effectuée sur du sergé lin/époxy testé en fatigue de type flexion, après un impact de 10J.

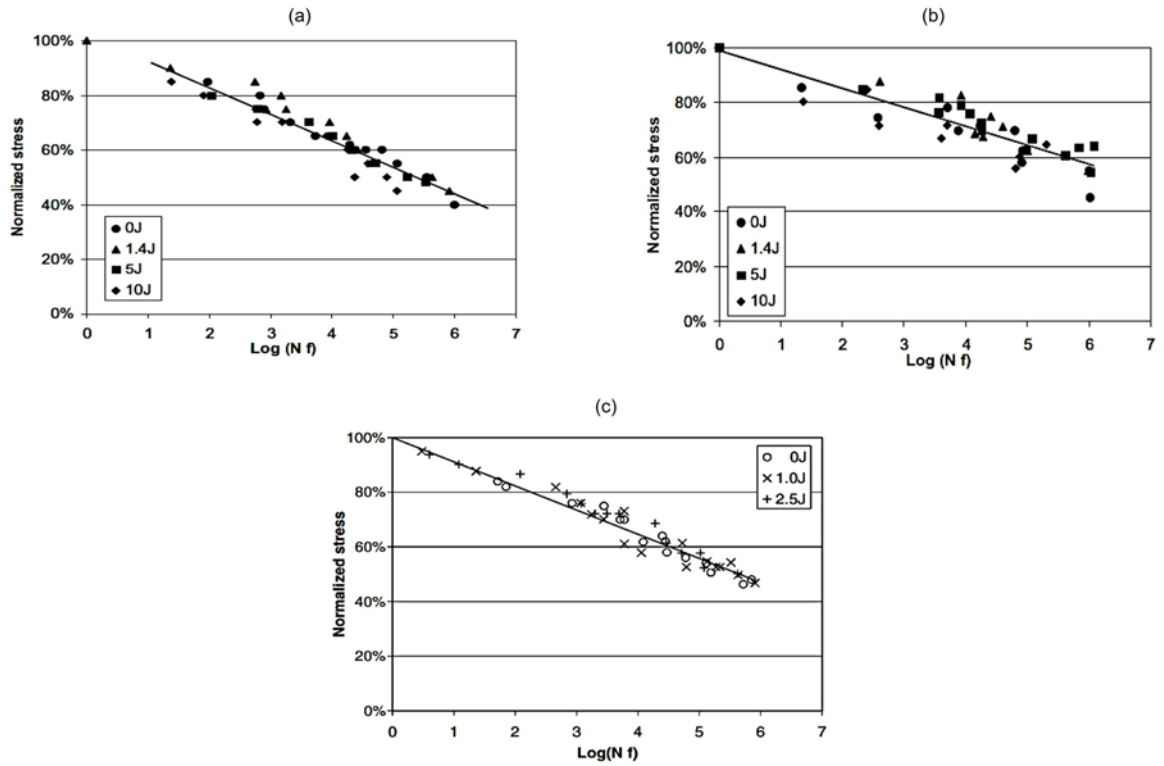


Figure 1.30 – Courbes S-N avec contraintes normalisées par rapport à la contrainte à rupture en traction du matériau non-impacté ou impacté pour les composites : (a) verre/polyester [0/90]_{2s}, (b) verre/polyester [±45]₄ et (c) mat de chanvre/polyester [Yuanjian and Isaac 2007; Yuanjian and Isaac 2008].

Vasconcellos et al. [de Vasconcellos et al. 2014a] ont étudié l'influence des endommagements causés par un impact à 5J sur la résistance en fatigue de composites tissés chanvre/époxy. Comme attendu, une diminution de la durée de vie des éprouvettes après impact est observée par comparaison aux éprouvettes non impactées (voir Figure 1.31).

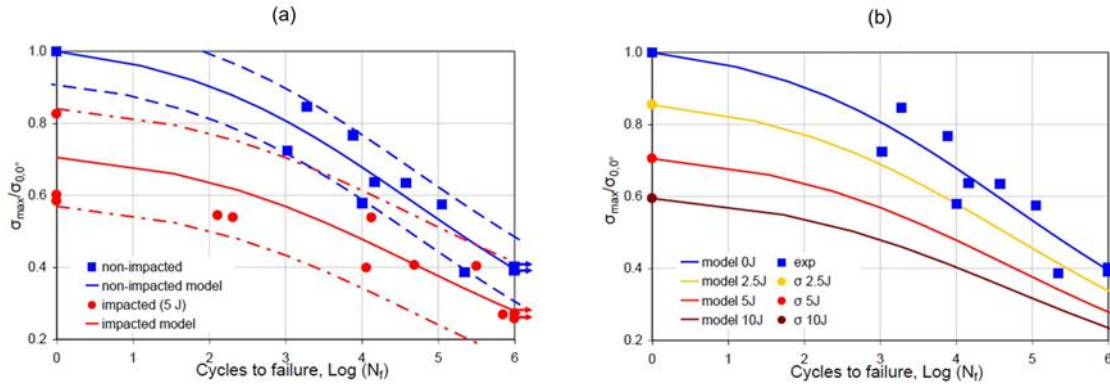


Figure 1.31 – Courbes S-N pour des éprouvettes de composites tissés $[0/90]_7$ de type chanvre/époxy. Application du modèle d'Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] pour (a) des éprouvettes non-impactées et impactées à 5J et (b) pour prédire la durée de vie en fatigue après des impacts à 2.5J, 5J et 10J [de Vasconcellos et al. 2014a].

Pour prédire la durée de vie en fatigue du composite soumis à différentes énergies d'impact, le modèle d'Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] a été appliqué (Figure 1.31b). Les auteurs ont ainsi pu prédire la durée de vie du composite impacté à partir de la durée de vie en fatigue du matériau non-impacté et de la contrainte à rupture en traction après impact. À titre d'exemple, la Figure 1.31b montre les courbes S-N prédites par le modèle d'Epaarachchi et Clausen pour des éprouvettes impactées à 2,5 J, 5J et 10J. Ce modèle phénoménologique sera développé dans la section suivante

1.5.6 Modélisation analytique des courbes S-N

De par leur simplicité, les modèles de Wöhler et de Basquin sont les plus utilisés pour représenter les courbes S-N. Les équations décrivant ces deux modèles sont respectivement ;

$$\log(N_f) = a + b\sigma_{max} \quad (\text{Eq. 1.3})$$

$$\log(N_f) = a + b\log(\sigma_{max}) \quad (\text{Eq. 1.4})$$

avec N_f : le nombre de cycles de fatigue à la rupture ; σ_{max} : la contrainte maximale appliquée; a et b : les paramètres expérimentaux.

Des modèles beaucoup plus complets, prenant en compte l'accumulation d'endommagements dans le matériau ont également été développés, comme décrit par [Malpot 2017]. Cependant, ces modèles nécessitent de nombreux paramètres qui ne sont pas toujours connus.

Dans cette thèse, le modèle phénoménologique d'Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] sera appliqué. À l'origine, ce modèle fut développé par D'Amore et al. [D'Amore

et al. 1996] et validé sur un composite à fibres courtes de verre et à matrice thermodurcissable. L'hypothèse de base permet de représenter la diminution de la résistance du composite à un cycle N suivant une loi puissance comme suit :

$$\frac{d\sigma_r(N)}{dN} = -\kappa N^{-\gamma} \quad (\text{Eq. 1.5})$$

où σ_r est la contrainte résiduelle de l'éprouvette après N cycles de fatigue et κ et γ des constantes relatives au matériau. Le coefficient κ et l'amplitude du signal cyclique ($\Delta\sigma$) sont supposés linéairement proportionnels, avec κ_0 le rapport de proportionnalité tel que :

$$\kappa = \kappa_0 \Delta\sigma \quad (\text{Eq. 1.6})$$

À l'aide de l'équation 1.2 sur le rapport de charge, l'équation 1.5 devient :

$$d\sigma_r(N) = -\kappa_0 \sigma_{max} (1 - R) N^{-\gamma} dN \quad (\text{Eq. 1.7})$$

L'intégrale de l'équation 1.7 entre $N = 1$ (sachant que $\sigma_r(1) = \sigma_u =$ contrainte à rupture en traction) et N, donne l'équation 1.8 ;

$$\sigma_r(N) - \sigma_u = -\alpha \sigma_{max} (1 - R) (N^\beta - 1) \quad (\text{Eq. 1.8})$$

avec les coefficients α et β obtenus comme suit :

$$\alpha = \frac{\kappa_0}{1 - \gamma} \quad (\text{Eq. 1.9})$$

$$\beta = 1 - \gamma \quad (\text{Eq. 1.10})$$

Le nombre de cycles de fatigue à rupture (N_f) est déterminé à partir de l'équation 1.8 suivant l'hypothèse que la rupture de l'éprouvette en fatigue survient lorsque $\sigma_r(N)$ est inférieure ou égale à la contrainte maximale appliquée. D'où l'équation finale du modèle de D'Amore et al. [D'Amore et al. 1996] :

$$N_f = \left[1 + \frac{1}{\alpha(1 - R)} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad (\text{Eq. 1.11})$$

Par la suite, Caprino et D'Amore ont appliqué cette approche à un composite à matrice thermoplastique sollicité en fatigue en flexion. De même, Caprino et Giorleo [Caprino and Giorleo 1999] ont utilisé ce modèle pour un composite à renforts tissés de verre/époxy en fatigue en compression. Le modèle à deux paramètres fut par la suite modifié par Epaarchchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] pour inclure la fréquence de sollicitation et introduire l'influence de non-linéarité du rapport de charge R et de σ_{max} sur la durée de vie des composites. L'équation finale obtenue se présente comme suit :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{\lambda-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} \right)^{\lambda-1-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad (\text{Eq. 1.12})$$

avec :

θ : angle d'orientation des fibres les plus proches de la direction de chargement ;

$\sigma_{u,\theta}$: contrainte à rupture en traction du composite étudié ;

σ_{max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

f : fréquence de fatigue ;

R : rapport de charge ;

α et β : paramètres caractéristiques liés au composite étudié ;

λ : paramètre fixé à 1,6 par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003].

Cette approche phénoménologique a déjà été appliquée sur des composites tissés à renfort de verre [Malpot 2017] et sur des composites tissés à fibres de chanvre [de Vasconcellos et al. 2014b; Barbière 2020; Seghini et al. 2020]. Mise à part la dépendance du modèle à deux paramètres, celui-ci permet de déterminer le nombre de cycles à la rupture du matériau en tenant compte du rapport de charge, de la fréquence de sollicitation et de l'orientation des fibres. Tel que mentionné à la Section 1.5.5, de Vasconcellos et al. [de Vasconcellos et al. 2014a] ont montré qu'en adaptant ce modèle, il est possible de prédire la durée de vie en fatigue de composites impactées de type chanvre/époxy à renforts tissés. Afin de déterminer les paramètres α et β , l'équation 1.12 prend la forme suivante :

$$\alpha \left(N_f^\beta - 1 \right) = \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|} \quad (\text{Eq. 1.13})$$

Équation que l'on peut écrire sous la forme suivante :

$$C = \alpha D \quad (\text{Eq. 1.14})$$

où C et D sont deux grandeurs fonction de β . Le problème revient alors à déterminer une valeur de β , par une méthode itérative, permettant d'obtenir une régression linéaire des point expérimentaux passant par l'origine. Avec la valeur ainsi obtenue de β , on peut ensuite déterminer la valeur de α correspondant à la pente de la fonction linéaire trouvée. Cette démarche permet de déterminer les paramètres caractéristiques pour chaque séquence d'empilement considérée. Les courbes du modèle testé par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] sur des composites verre/époxy sont présentées sur la Figure 1.32.

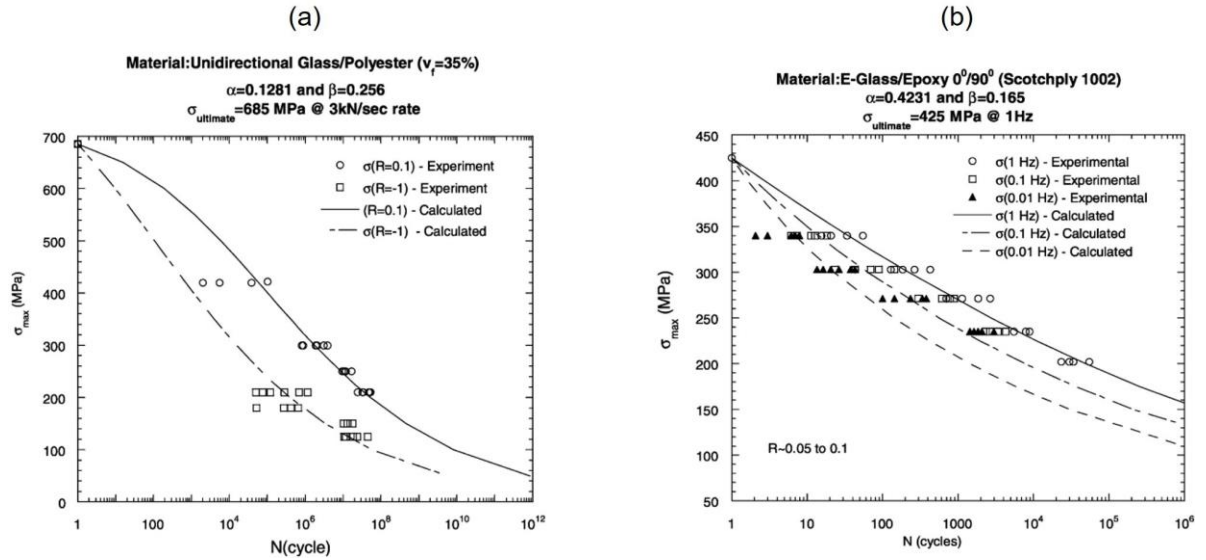


Figure 1.32 – Exemples d’application du modèle d’Epaarachchi et Clausen pour des composites à fibres de verre. (a) Influence du rapport de charge R et (b) de la fréquence de sollicitation [Epaarachchi and Clausen 2003].

Les résultats mettent en évidence, pour différentes configurations ainsi que pour un seul couple de paramètres α et β , la capacité du modèle à tenir compte de la variation du rapport de charge (Figure 1.32a) et de la fréquence d’essai (Figure 1.32b).

1.5.7 Analyse des endommagements

L’inspection d’une éprouvette testée en fatigue permet d’effectuer une analyse des mécanismes d’endommagement. Notamment, le blanchiment de la surface peut marquer la présence d’endommagements matriciels. D’autre part, le microscope électronique à balayage (MEB) peut être utilisé pour observer les faciès de rupture. Par exemple, sur la Figure 1.33, on observe dans un composite lin/époxy testé en fatigue à 45% de s_r : des porosités, des fissures matricielles et des décohésions fibres/matrice. La Figure 1.34 présente quant à elle des images de la section de composites lin/époxy sollicités en fatigue à 70% de s_r à différents nombres de cycles lors d’essais de fatigue interrompus [El Sawi et al. 2014]. Les auteurs concluent que les endommagements s’initient à l’intérieur des faisceaux de fibres de lin au niveau des interfaces fibre-fibre. Avec l’augmentation du nombre de cycles de fatigue, ces endommagements se propagent ensuite entre les fibres élémentaires puis se développent dans la matrice.

La microtomographie par rayons X est une autre technique utilisée pour l’analyse des endommagements. De Vasconcellos [de Vasconcellos 2013] a utilisé cette technique avec une résolution de 0,7 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, tel que montré sur la Figure 1.35a, pour mettre en évidence les

décohésions fils/matrice dans un composite tissé chanvre/époxy $[\pm 45]_7$ après rupture en fatigue à 75% de σ_r . Dans les travaux de Barbière [Barbière 2020], cette technique a été utilisée pour observer les endommagements dans des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$ testées en fatigue après avoir été immergées dans l'eau jusqu'à saturation (Figure 1.35b).

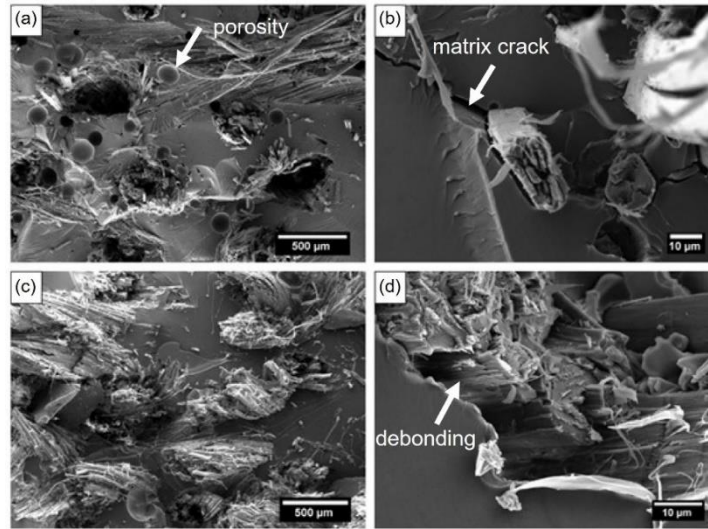


Figure 1.33 – Images MEB de faciès de rupture de stratifiés lin/époxy testés en fatigue à 45% de la contrainte σ_r pour des stratifiés $[0/90]$ (figures a et b) et $[\pm 45]$ (figures c et d) [Seghini et al. 2020].

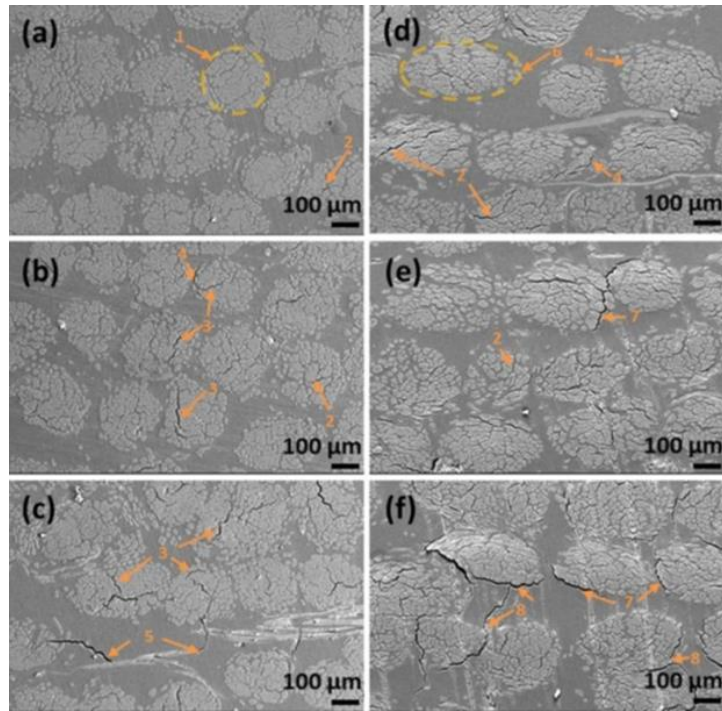


Figure 1.34 – Images MEB de la section d’une éprouvette lin/époxy à différents stades d’un essai de fatigue à 70% de la contrainte σ_r pour un composite lin/époxy $[0]_{16}$: (a) à 1/3 de N_f , (b) à 2/3 de N_f et (c) après rupture et pour un composite $[\pm 45]_{4S}$: (d) à 1/3 de N_f , (e) à 2/3 de N_f et (f) après rupture [El Sawi et al. 2014].

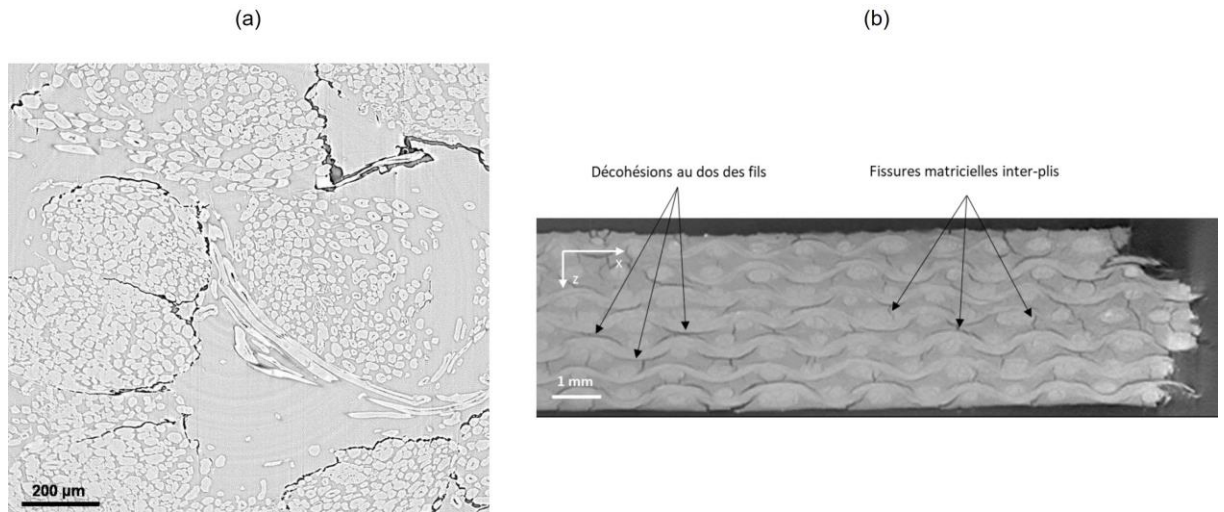


Figure 1.35 - Images faites par microtomographie : (a) Éprouvette chanvre/époxy $[\pm 45]_7$ après rupture en fatigue à 75% de σ_r [de Vasconcellos 2013] et (b) Éprouvette chanvre/époxy $[0/90]_7$ après rupture en fatigue à 80% de σ_r après conditionnement dans l’eau [Barbière 2020].

Bilan sur l'état de l'art

Les fibres végétales gagnent en popularité comme renfort dans les matériaux composites pour différentes applications. En particulier, les fibres de lin présentent un fort potentiel pour remplacer les fibres de verre dans les composites. Dans des applications pour lesquelles la structure est sollicitée de façon dynamique (en fatigue), caractériser la réponse du matériau et sa durabilité est indispensable. De plus, le comportement des fibres naturelles face à un impact à basse vitesse sur une pièce composite devient limitatif dans la mesure où les endommagements induits par l'impact peuvent se développer rapidement sous un chargement cyclique. L'étude du comportement en fatigue post-impact est donc nécessaire dans les composites à fibres naturelles, surtout qu'il demeure à ce jour un sujet très peu développé dans la littérature. Dans ce travail de thèse, le comportement en fatigue avant et après impact à basse vitesse de composites lin/époxy à renforts mixtes UD-mat sera étudié et comparé à celui de composites verre/époxy. Différentes techniques d'analyse, telles que la microscopie électronique à balayage et la microtomographie seront employées pour observer les endommagements créés dans ces matériaux.

Chapitre II

Matériaux et techniques appliquées

Dans ce chapitre, les différents matériaux de cette étude seront décrits avec les procédés de fabrication des renforts de lin unidirectionnel à liant mat (UD-mat) et des composites lin/époxy et verre/époxy. Ensuite, les propriétés physiques de ces composites seront présentées avec les techniques de mesure associées. Les différents moyens pour réaliser les essais mécaniques seront aussi abordés. Enfin, les techniques utilisées pour analyser les endommagements seront décrites.

2.1 Matériaux étudiés

Dans ce travail de thèse, les composites stratifiés lin/époxy, faits de renfort unidirectionnel (UD) de lin à liant mat de lin (notés lin UD-mat), sont étudiés en comparaison avec les composites stratifiés verre/époxy à plis unidirectionnels. Ce chapitre va décrire dans un premier temps les constituants - fibres et matrice - puis les procédés de mise en œuvre des plis de lin UD-mat et le moulage par transfert de résine (RTM) des composites. Enfin, les propriétés physiques de ces composites seront présentées.

2.1.1 Renforts de lin

Le renfort étudié est fait de fils de lin unidirectionnels à liant mat, noté lin UD-mat standard, et a été développé à l'UQTR en s'inspirant du procédé de fabrication du papier de l'industrie papetière. L'ajout des fibres courtes sous forme de mat permet de maintenir l'alignement des UD dans le renfort. Ce dernier a été comparé à deux autres renforts : soit le même renfort lin UD-mat mais fait avec des fibres courtes traitées par fibrillation de surface pour le liant mat de mêmes, qu'un renfort de verre UD de même grammage.

Chaque pli de lin UD-mat est donc constitué de deux couches (le procédé de fabrication des plis sera détaillé dans le paragraphe 2.1.1.2) :

- Une couche UD faite de fils continus de fibres de lin faiblement torsadées fournis par Safilin Inc. (France) et notés Tex 400,
- Une couche de type mat faite de fibres courtes de lin coupées à partir d'un ruban Tex 5000 également fourni par Safilin Inc. (France).

2.1.1.1 Fibrillation de surface des fibres courtes de lin

Dans ce qui suit, le procédé de fibrillation de surface (raffinage) des fibres courtes de lin constituant la couche mat du renfort UD-mat est présenté. Les différentes étapes se déroulent dans les laboratoires de l'Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies (le I2E3) de l'UQTR.

Pour ce travail de thèse, les paramètres optimisés du procédé de raffinage obtenus par Bernaoui et al. [Bernaoui et al., 2022] sont utilisés. Ils ont montré que ce traitement permet d'améliorer la résistance à la traction des composites lin UD-mat sans dégrader leur module d'élasticité. Selon les auteurs et pour maximiser les propriétés en traction, le degré de fibrillation (nombre de tours

effectués par le tambour) doit être fixé à 400 tours et la vitesse de fibrillation à 800 tr/min. Ces valeurs ont été reprises dans le présent travail.

Tout d'abord, à l'aide d'un coupe-papier, les mèches de lin Tex 5000 sont coupées en fibres courtes de 6 ± 1 mm de long. Puis 24g de fibres courtes sèches sont placés dans un désintégrateur de pâte chimique (Figure 2.1a) fourni par Noram Quality Control and Research Equipment Limited (Canada) et mélangés pendant 5 minutes dans 1l d'eau. Un mélange homogène de fibres courtes dans l'eau est obtenu à cette étape. Ensuite, ce mélange est placé dans une formette statique (Figure 2.1b), qui consiste en un cylindre vertical muni d'un filtre à sa base pour permettre d'obtenir une pâte épaisse de fibres. La pâte est déchirée en petits morceaux qui sont ensuite placés contre la paroi du bol cylindrique du dispositif de raffinage (Figure 2.1c) appelé moulin PFI (Paper and Fiber Research Institute) et fourni par Noram Quality Control and Research Equipment Limited (Canada). Au cours du raffinage, le rotor (qui est un tambour en acier inoxydable) et le bol cylindrique du raffineur tournent en sens inverse pendant qu'une charge verticale constante est appliquée sur le rotor de raffinage. La rotation du rotor et la charge appliquée permettent de raffiner les fibres individuelles. Ce raffinage consiste en la fibrillation de surface des fibres courtes soumises à une combinaison des forces de compression et de cisaillement appliquées sur la pâte.

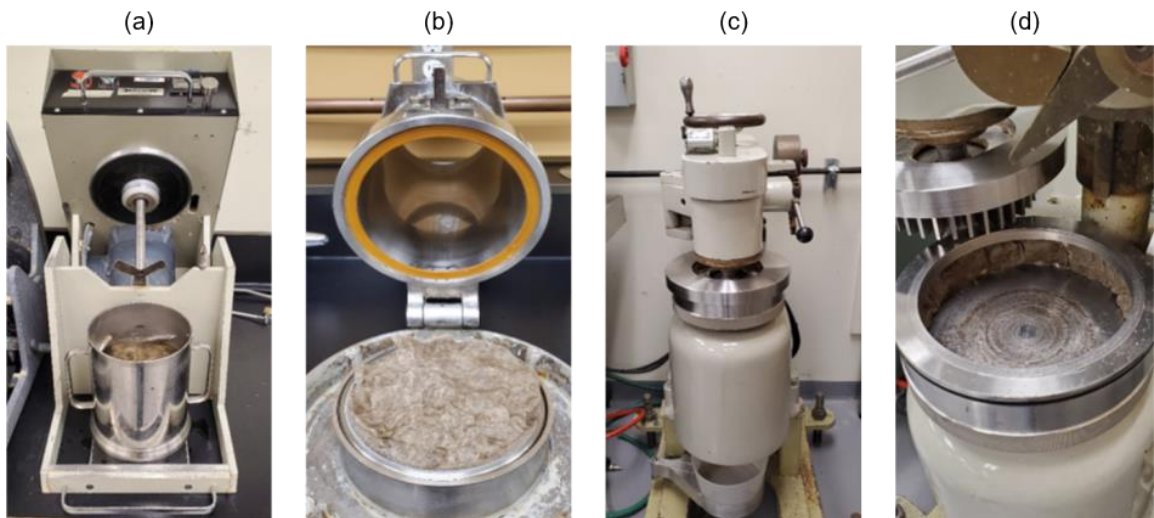


Figure 2.1 – Procédé de fibrillation de surface (raffinage) : (a) mélange eau-fibres courtes de lin dans le désintégrateur, (b) feuille épaisse de fibres courtes obtenue à l'aide de la formette statique, (c) raffineur PFI, (d) morceaux de la feuille des fibres de lin placés sur la surface du stator. – Images adaptées de la publication de [Bernaoui et al., 2022]

À la fin du procédé, les fibres courtes sont dispersées contre la paroi du bol cylindrique (Figure 2.1d). Celles-ci sont par la suite mélangées avec 800ml d'eau et après homogénéisation, le mélange est divisé en deux parts égales de 400ml utilisées pour la fabrication du renfort lin UD-

mat décrite dans la section suivante. Cette quantité de fibres permet de fabriquer quatre plis de renfort lin UD-mat à partir d'une seule opération de raffinage.

2.1.1.2 Procédé de fabrication des renforts de lin UD-mat

La fabrication du renfort est basée sur un procédé inspiré de l'industrie papetière et utilisé au laboratoire du département de génie mécanique à l'UQTR. Son efficacité pour la fabrication des renforts lin UD-mat a été démontrée dans plusieurs travaux de recherche [Ameri et al. 2016; Couture et al. 2016; Habibi et al. 2017a; Mbakop et al. 2018; Habibi et al. 2019b; Marmonnier et al. 2022; Bernaoui et al. 2022]. Le procédé utilise la force centrifuge pour projeter et maintenir en place des fibres courtes de lin sur une couche UD de fils continus maintenus parallèles les uns par rapport aux autres.

Le procédé suit les étapes de la Figure 2.2. À partir d'une bobine de lin Tex 400 (Figure 2.2a.1), les fils sont enroulés manuellement et côte à côte autour d'une plaque d'enroulement en aluminium fabriquée en interne.

Les fils alignés sont ensuite humidifiés (Figure 2.2b), puis la couche UD est délicatement retirée et placée sur une toile de formation qui, à son tour, est placée sur la surface intérieure du tambour de la formette dynamique (Figure 2.2c) fournie par Allimand (France). Ensuite, et selon le type d'UD-mat à fabriquer, un mélange de fibres courtes de lin dans 20 litres d'eau est effectué comme suit :

- Pour des fibres sans fibrillation : 12 g de fibres courtes sèches sont mélangés à l'eau.
- Pour des fibres fibrillées : le mélange de fibres courtes fibrillées de 400 ml (décrit dans la section 2.1.1.1) est dilué dans les 20l d'eau.

Le mélange fibres-eau est ensuite bien homogénéisé et versé dans le réservoir de la formette dynamique. Grâce à une buse d'injection (Figure 2.2c) ce mélange est projeté sur la couche UD de lin prépositionnée sur la face interne du tambour rotatif. Après la projection, la feuille lin UD-mat humide est retirée et séchée à 100°C à l'aide d'un rouleau séchoir de modèle E-100 fourni par Adirondack Machine Corporation, USA (Figure 2.2d). Le renfort obtenu est ensuite conservé dans un sac scellé. Le grammage moyen des renforts est de 299 ± 11 g/m², ce qui inclut le grammage uniforme du liant mat de 50 g/m². Le renfort lin UD-mat obtenu à la fin est présenté sur la Figure 2.2e.

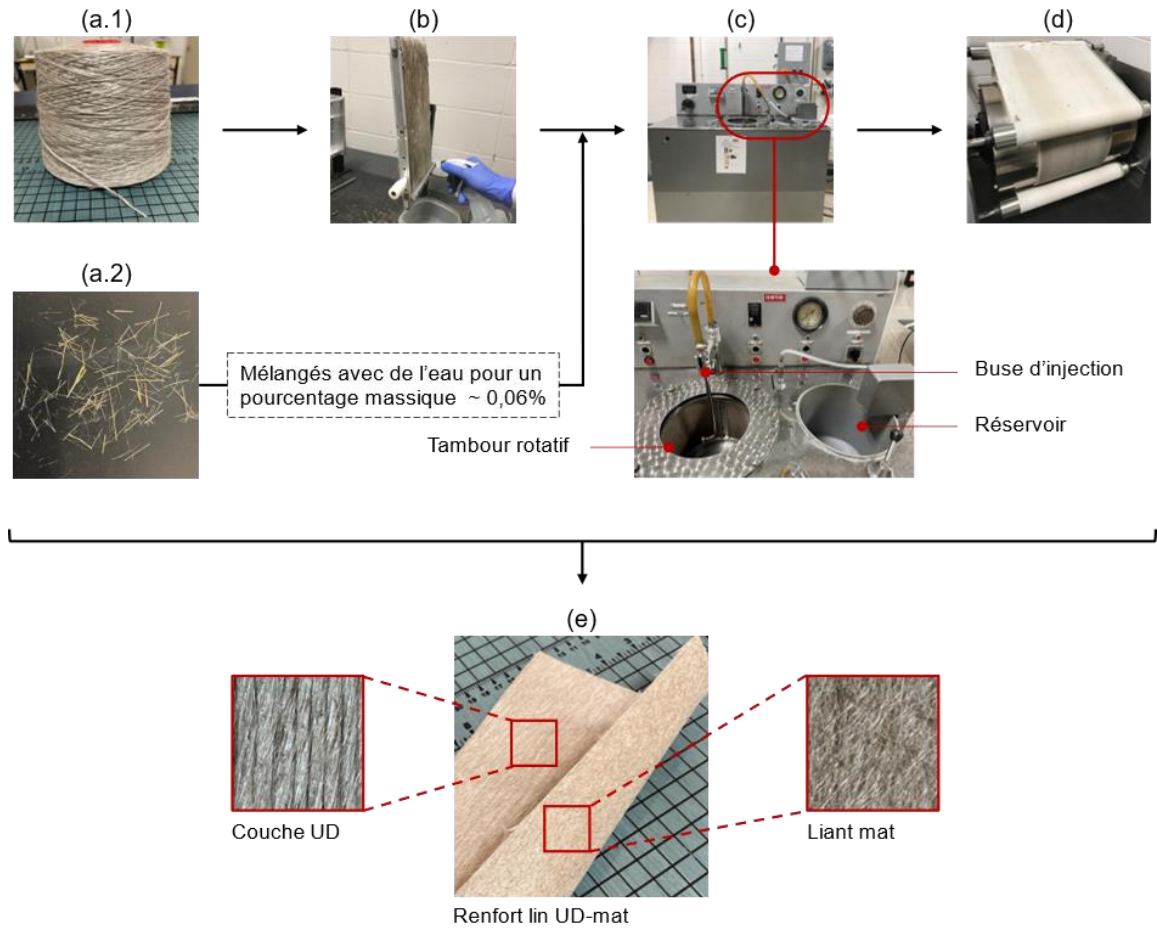


Figure 2.2 – Procédé de fabrication du renfort lin UD-mat : (a.1) bobine de lin, (a.2) fibres courtes de lin (b) système d’alignement, (c) formette dynamique, (d) rouleau séchoir, (e) renfort de lin UD-mat.

Il est possible de détecter à l’œil l’effet de la fibrillation de surface sur la couche mat du renfort fabriqué (Figure 2.3). Le blanchiment observé est dû au détachement partiel des microfibrilles à la surface des fibres raffinées et à l’extraction de résidus de surface, ce qui rend globalement la surface du mat plus lisse et plus compacte.



Figure 2.3 – Mats de fibres courtes : (a) non-fibrillées et (b) fibrillées.

2.1.2 Renfort à fibres de verre

Le renfort UD à fibres de verre E (Figure 2.4) est constitué de torons UD cousus avec un fil transverse de verre et est fourni par Texonic Inc. (Québec, Canada) sous le nom de TG-09-U50. Le grammage de ce renfort, mesuré expérimentalement, est de $295 \pm 2 \text{ g/m}^2$. Celui-ci a été choisi pour le diamètre de ses torons, de l'ordre de 2,6 mm, proche de celle des fils de lin du renfort lin UD-mat, ce qui facilite la comparaison entre les deux types de stratifiés.

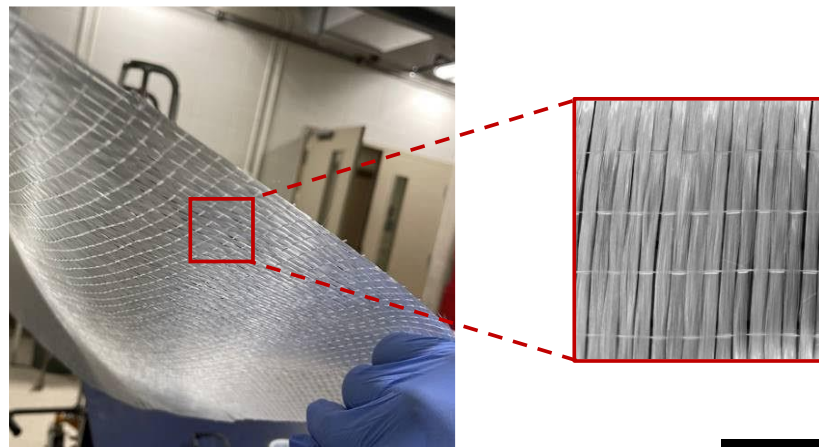


Figure 2.4 – Renfort UD de verre.

2.1.3 Résine époxy

Une résine époxy, SikaBiresin CR72, et un durcisseur, SikaBiresin CH72-3, fournis par Sika Advanced Resins (USA) sont utilisés pour la fabrication des plaques composites. Selon la fiche

technique du fournisseur, cette résine est utilisée pour des structures composites à haute performance. De plus, elle est développée pour la mise en œuvre des composites par moulage au contact et par infusion de résine et elle offre une bonne mouillabilité et une excellente adhérence à tous les tissus [Sika 2019]. Pour le moulage des plaques, un mélange résine et durcisseur (CR72/CH72-3) est préparé dans une proportion de 18% en masse de durcisseur par rapport à la masse de la résine, selon la recommandation du fournisseur. Les propriétés physiques et mécaniques fournies par le fabricant sont présentées dans le Tableau 2.1.

Tableau 2.1 – Propriétés physiques et mécaniques du mélange résine-durcisseur (CR72/CH72-3) pour un temps de durcissement de 24h à température ambiante et une post-cuisson de 4 heures à 100°C (données fournies par Sika Advanced Resins).

Propriété	Norme	
Densité à 25°C	ASTM D792	1.11 g/cm ³
Viscosité à 25°C		410 Cps
Temps de gel		52 min
Température de transition vitreuse (<i>T_g</i>)	ASTM E1545	71°C
Module de flexion	ASTM D-790	2.83 GPa
Contrainte de flexion maximale	ASTM D-790	96 MPa
Module de traction	ASTM D-638	1.87 GPa
Résistance en traction	ASTM D-638	74 MPa

2.1.4 Moulage par Transfert de Résine (RTM)

Le procédé de moulage RTM est utilisé pour la fabrication de tous les stratifiés. Chaque stratifié est constitué de 8 plis, avec deux séquences d'empilement : soit unidirectionnelle [0]₈, soit croisée [0/90]_{2s}. Le nombre de plis est identique pour les composites de lin et de verre, quel que soit le stratifié. Par ailleurs, à des fins de comparaison, la fraction volumique de fibres est fixée à 40% pour tous les composites. L'épaisseur des plaques lin/époxy doit donc être de 4,15 mm et celle du verre/époxy de 2,32 mm (le calcul est détaillé avec l'Équation 2.1, section 2.1.5.1).

Tout d'abord, avant moulage, les renforts UD-mat de lin sont étuvés à 105°C pendant 15 minutes afin de réduire le taux d'humidité des fibres. Une fois séchés, les renforts sont immédiatement transférés dans le moule pour éviter toute réabsorption d'humidité. Avant de déposer les renforts dans le moule, une couche de cire est appliquée sur la surface du moule pour faciliter le démoulage.

Ensuite, les renforts sont placés selon l'empilement désiré. Avant l'injection, le mélange résine-durcisseur est placé sous vide pendant 10 minutes pour le dégazage. Puis, le réservoir est mis sous pression à 2 bar et le mélange est injecté dans le moule. Après l'injection, le moule (Figure 2.5) est transféré dans le four pour une cuisson à 80°C pendant 12h. Une fois démoulée, la plaque est ensuite récupérée et placée dans un sac scellé.



Figure 2.5 – Montage de moulage par RTM des composites à l'UQTR.

Notons que les éprouvettes lin UD-mat/époxy (LUM) avec des fibres courtes non-fibrillées standard (S) et des fibres courtes fibrillées (F) sont nommées, respectivement, LUM0S et LUM0F pour une configuration unidirectionnelle et LUM090S et LUM090F pour une configuration croisée. Les stratifiés verre/époxy sont nommés VUD0 et VUD090 pour une configuration unidirectionnelle et croisée, respectivement. Le Tableau 2.2 ci-dessous récapitule la nomenclature des éprouvettes.

Tableau 2.2 – Nomenclature des éprouvettes.

Configuration	Lin/époxy		Verre/époxy
	Standard	Fibrillées	
$[0]_8$	LUM0S	LUM0F	VUD0
$[0/90]_{2S}$	LUM090S	LUM090F	VUD090

2.1.5 Propriétés physiques des composites et techniques de mesure

2.1.5.1 Mesure du taux volumique de fibres

Le taux volumique (V_f) dans les composites est calculé avec l'équation (Eq. 2.1) :

$$e = \frac{n \times m_r}{V_f \times \rho_f} \quad (\text{Eq. 2.1})$$

Avec:

V_f : le taux volumique de fibres;

n : le nombre de plis dans le stratifié;

m_r : le grammage (densité surfacique) des renforts utilisés (g/m^2);

e : l'épaisseur du stratifié (m) ;

ρ_f : la masse volumique des fibres (g/m^3).

Le grammage m_r de chaque renfort lin UD-mat (fait de fibres courtes fibrillées ou non-fibrillées) est mesuré pour chaque renfort avant le moulage. La masse volumique des fibres de lin est de $r_f = 1.44 \text{ g/cm}^3$ selon la fiche technique du fournisseur [Safilin], alors que pour la fibre de verre $r_f = 2.54 \text{ g/cm}^3$.

En mesurant l'épaisseur de chaque composite, le taux volumique de fibres V_f est obtenu de l'Eq. 2.1 :

$$V_f = \frac{n \times m_r}{e \times \rho} \quad (\text{Eq. 2.2})$$

Les valeurs obtenues pour chaque stratifié sont présentées au Tableau 2.3.

Tableau 2.3 – Propriétés physiques des stratifiés.

	Epaisseur, e (mm)	V _f (%)	Masse volumique (g/cm ³)
LUM0S	4,25 ± 0,07	39,08 ± 0,76	1,281 ± 0,005
LUM0F	4,09 ± 0,05	40,61 ± 0,52	1,292 ± 0,008
LUM090S	4,36 ± 0,02	38,10 ± 0,16	1,272 ± 0,005
LUM090F	4,18 ± 0,02	39,74 ± 0,27	1,281 ± 0,005
VUD0	2,34 ± 0,04	39,71 ± 0,86	1,693 ± 0,012
VUD090	2,32 ± 0,03	40,05 ± 0,59	1,723 ± 0,018

2.1.5.2 Mesure de la densité des composites

La densité des composites est mesurée par le principe de la poussée d'Archimède : tout solide immergé subit une force de poussée d'intensité égale au poids de liquide déplacé par le volume solide. Cinq échantillons différents par type de composite sont prélevés à divers endroits de la plaque et chacun a une dimension de 1 cm² environ. Le dispositif est une balance électronique Sartorius d'une précision de 10⁻³ mg.

Chaque échantillon est pesé dans l'air en le plaçant sur le plateau supérieur du module suspendu. Ensuite, l'échantillon est placé dans un bécber pour mesurer la masse du solide dans l'eau. Cette technique a été appliquée dans les travaux de Saadati [Saadati et al. 2020] dans lesquels les échantillons de composite de lin ont été rapidement mouillés juste avant leur immersion dans l'eau permettant d'éliminer les bulles d'air autour des échantillons. Pour éviter l'absorption d'eau dans le composite de lin/époxy, les mesures de la masse dans l'eau sont prises en 10 à 15 secondes.

Par la suite, la densité du composite est calculée suivant l'équation (Eq. 2.3) ;

$$\rho_c = \frac{m_{c,air}}{m_{c,air} - m_{c,eau}} \times \rho_{eau} \quad (\text{Eq. 2.3})$$

avec:

ρ_c : masse volumique du composite (g/cm³) ;

ρ_{eau} : masse volumique de l'eau à température ambiante (0.998 g/cm³) [Oliveros 1989];

$m_{c,air}$: masse du composite dans l'air (g) ;

$m_{c,eau}$: masse du composite dans l'eau (g).

Les valeurs de l'épaisseur, du taux volumique de fibres et de la masse volumique des composites sont présentées dans le Tableau 2.3. Les valeurs de la densité sont comparables à celles rapportées dans la littérature pour des stratifiés lin/époxy à des fractions volumiques comparables [Saadati et al. 2020; Liang et al. 2012].

2.1.5.3 Calorimétrie différentielle

À l'I2E3, un analyseur calorimétrique différentiel à balayage DSC 2500 fourni par TA Instruments est utilisé pour effectuer les essais de DSC. La DSC est une technique d'analyse qui permet de mesurer les échanges thermiques entre un échantillon et l'environnement extérieur tout en balayant une gamme de températures. Les flux de chaleur massiques mesurés en fonction de la température permettent, par l'observation de phénomènes endothermiques et exothermiques, d'obtenir des informations sur les matériaux telles que la température de transition vitreuse, le taux de réticulation des résines ou encore la température de fusion pour les polymères semi-cristallins. Un échantillon de résine pur (durci à un rapport massique résine-durcisseur de 100 pour 18) ayant une masse de 5 mg est testé dans une capsule en aluminium.

Le chauffage à 5°C/min est appliqué jusqu'à 150°C et la quantité d'énergie absorbée ou dégagée par l'échantillon est déterminée par la différence de température entre l'échantillon et la référence, mesurée à un instant donné. Une fois l'essai effectué, l'évolution du flux de chaleur massique en fonction de la température est obtenue. Avec le thermogramme obtenu par cette technique, plusieurs propriétés peuvent être déterminées, notamment la température de transition vitreuse (T_g). La valeur de la T_g obtenue (Figure 2.6) pour la résine utilisée dans nos composites a été estimée à 68°C, valeur très proche de celle donnée par le fournisseur (71°C), ce qui valide la méthode de cuisson de la résine (à 80°C pendant 12 heures) utilisée dans ce travail.

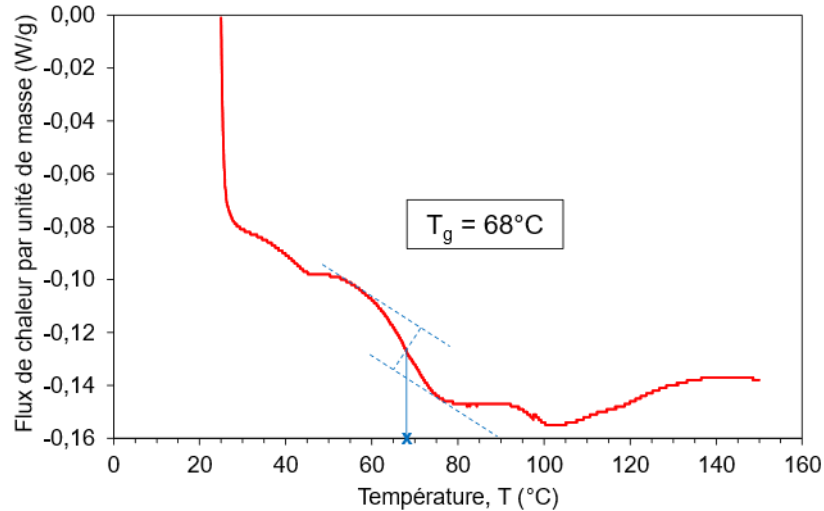


Figure 2.6 – Thermogramme de DSC obtenu sur un échantillon de résine-durcisseur.

2.2 Dispositifs des essais mécaniques

Dans cette section, les différents équipements employés pour caractériser le comportement mécanique à l’impact et en fatigue sont présentés ainsi que la chronologie du déroulement des essais entre l’UQTR et l’ESTACA.

2.2.1 Essais d’impact à l’UQTR

Ces essais sont réalisés dans les laboratoires du département de génie mécanique de l’UQTR. Ils ont pour objectif de déterminer les niveaux d’énergie requis pour obtenir des endommagements visibles pour des impacts à basses énergies et de sélectionner le niveau d’énergie qui sera étudié dans la suite de la thèse.

Tour de chute Instron CEAST 9350

Une tour de chute (Figure 2.7) de type INSTRON CEAST 9350 est utilisée. Elle est équipée d’une cellule de charge de 22 kN et d’un système d’acquisition de données. La vitesse de l’impacteur est déterminée par un vélocimètre consistant en un dispositif de détection et de réflexion lumineuse. L’essai est réalisé au moyen d’une masse tombante de 5,55 kg munie d’un impacteur hémisphérique de 20 mm de diamètre (φ). La hauteur de chute est ajustable en fonction de l’énergie d’impact visée. Une éprouvette rectangulaire avec les dimensions présentées dans la section 2.2.5.1 est utilisée. Cette dernière est fixée sur un support circulaire de diamètres interne

(DI) et externe (DE) de 40 et 60 mm à l'aide d'un système d'ancrage à air comprimé de 7 bar. Après le retour élastique de la masse tombante, un système anti-rebond assure le maintien de l'impacteur afin d'éviter un deuxième impact. À partir des courbes d'impact de type force-temps, force-déplacement et énergie-temps, il est possible d'analyser le comportement du matériau face à l'impact et d'analyser sa résistance (force maximale, déplacement permanent et maximal et énergie absorbée). Quatre énergies d'impact sont choisies pour cette étude préliminaire : 3, 5, 8 et 11 Joules.

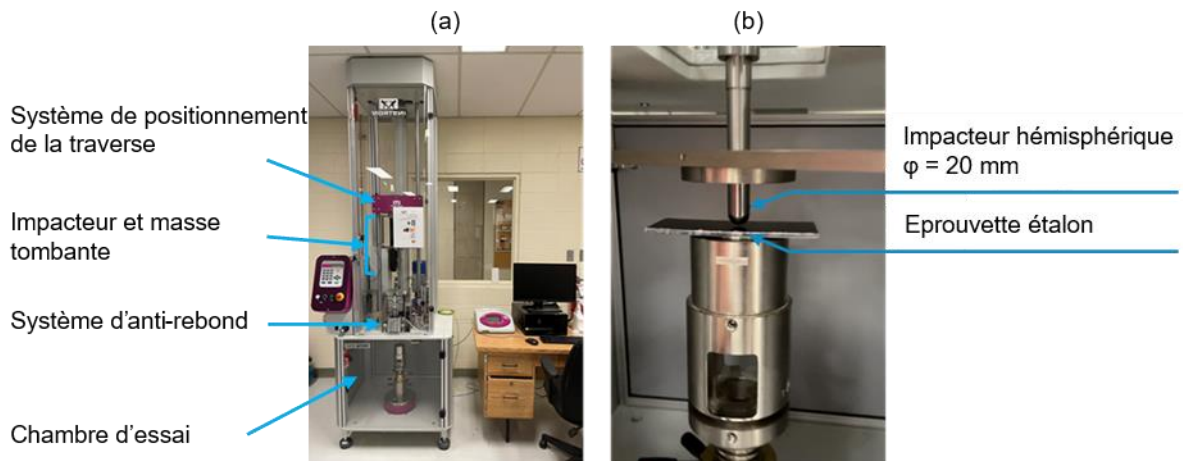


Figure 2.7 – Dispositif des essais d'impact préliminaires à l'UQTR : a) la tour de chute Instron CEAST 9350 et le système d'acquisition de données, b) l'impacteur et le système de support d'échantillon.

2.2.2 Essais d'impact à l'ESTACA

Toutes les éprouvettes testées en traction ou en fatigue post-impact ont été impactées à 5J avec la tour de chute Imatek de l'ESTACA.

Tour de Chute Imatek IM 10 ITS

La tour de chute Imatek IM 10 ITS disponible à l'ESTACA (Figure 2.8) possède une hauteur de chute de 4 mètres et une capacité maximale de 4000 Joules. L'essai est réalisé à l'aide d'une masse tombante de 8,69 kg munie d'un impacteur hémisphérique de 20 mm de diamètre. La hauteur de chute est réglée en fonction de l'énergie d'impact. Un système anti-rebond est également utilisé pour éviter d'impacter plusieurs fois l'éprouvette. Ce système permet d'appliquer un impact au centre de l'éprouvette et cette dernière est placée dans un système d'ancrage à air comprimé sur un support circulaire de même dimension que celui de la tour de chute de l'UQTR. Le Tableau 2.4 résume les caractéristiques des deux tours de chute, celle à l'ESTACA et celle à l'UQTR.

Tableau 2.4 – Les caractéristiques de tours de chute d’Instron (UQTR) et d’Imatek (ESTACA).

	Tour de chute Instron	Tour de chute Imatek
Géométrie et diamètre de l’impacteur	Hémisphérique $\varphi = 20$ mm	Hémisphérique $\varphi = 20$ mm
Masse tombante	5,55 kg	8,69 kg
Système de clampage	À air comprimé de 7 bar sur un support circulaire DI = 40 mm DE = 60 mm	À air comprimé de 7 bar sur un support circulaire DI = 40 mm DE = 60 mm
Acquisition de la vitesse de l’impacteur	Vélocimètre	Par calcul
Acquisition de la force d’impact	Capteur de force	Capteur de force
Acquisition du déplacement	Par calcul	Capteur laser

La force d’impact et le déplacement sont obtenus grâce à des capteurs de force et de déplacement. L’énergie d’impact est connue avant chaque essai et dépend de la hauteur de chute ainsi que de la masse tombante. En effet, dans une situation idéale où le frottement est négligé, l’énergie d’impact correspond à l’énergie cinétique E_c de l’impacteur, laquelle est égale à l’énergie potentielle E_p déduite de la masse et de la hauteur de chute. L’équation Eq. 2.4 permet de calculer l’énergie d’impact avec l’énergie cinétique :

$$E_c = \frac{1}{2}mV_i^2 \quad (\text{Eq. 2.4})$$

Avec E_c énergie cinétique (J), m la masse tombante (kg), V_i la vitesse initiale atteinte par l’impacteur lors de l’impact (m/s)

L’énergie potentielle est calculée selon l’équation Eq. 2.5 :

$$E_p = mgh \quad (\text{Eq. 2.5})$$

Avec : g l’accélération gravitationnelle (9,81 m/s²) et h la hauteur de chute (m).

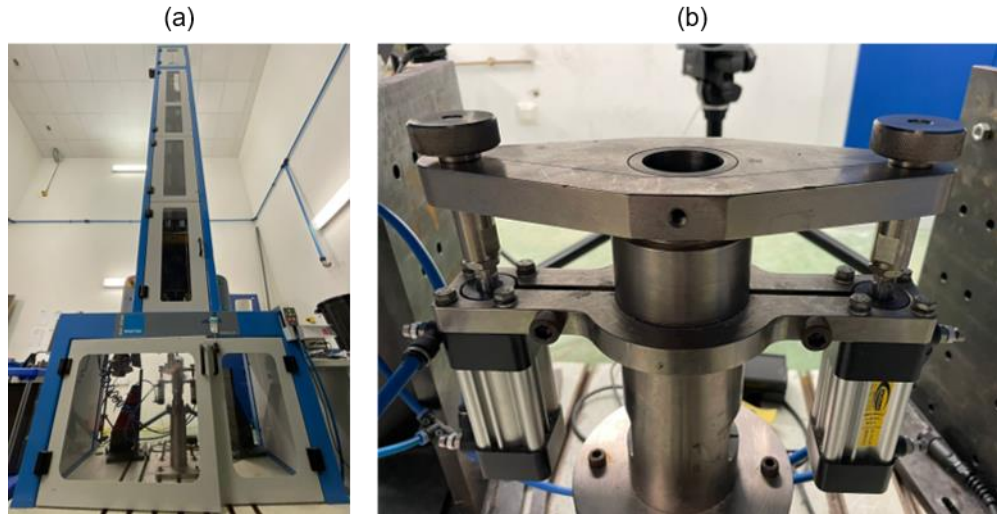


Figure 2.8 – Dispositif des essais d’impact à l’ESTACA : (a) Tour de chute Imatek, (b) le système d’ancrage.

2.2.3 Essais de traction avant et après impact

Avant les essais de fatigue de type traction-traction, des essais de traction quasi-statique ont été effectués pour déterminer les propriétés mécaniques en traction, en particulier la contrainte à la rupture qui servira à déterminer les contraintes imposées lors des essais de fatigue. Les essais de traction ont été réalisés avec une machine servo-hydraulique Instron 8801 munie d’une cellule de charge d’une capacité de 100 kN (Figure 2.9). Il s’agit de la même machine utilisée pour la réalisation des essais de fatigue. Celle-ci est équipée de mors plats hydrauliques dont la pression de serrage est réglée à 20 ou 30 bar. Ces essais ont été réalisés avec une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min. Les mesures de déformation des éprouvettes ont été réalisées par un extensomètre à couteaux de type INSTRON n°2620-601 avec écartement initial de 12,5 mm.



Figure 2.9 – Dispositif des essais de fatigue et de traction avec (a) la machine servo-hydraulique Instron 8801 munie d’une cellule de 100 kN et (b) une éprouvette lin/époxy munie d’un extensomètre de 12,5 mm de longueur de jauge.

2.2.4 Essais de fatigue avant et après impact

2.2.4.1 Dispositif et paramètres des essais

La même machine servo-hydraulique Instron 8801-100 kN est utilisée pour les essais de fatigue avant et après impact. Ces essais sont effectués à température ambiante de $23 \pm 4^\circ\text{C}$ avec une humidité relative de $38 \pm 7\%$. Des essais de fatigue avec un pilotage en charge, une fréquence (f) de 5 Hz et un rapport de charge $R = 0,1$ sont effectués. La fréquence d’acquisition de données est fixée à 50 Hz, donc, pour chaque cycle de fatigue, 10 enregistrements sont sauvegardés comme le montre la Figure 2.10. Il a ainsi été possible de déterminer, pour chaque boucle d’hystérésis, les déformations minimales et maximales et le module sécant E_N comme montré sur la Figure 2.10.

Pour limiter la durée des essais, lorsque le nombre de cycles dépasse 10^6 , l’essai est volontairement arrêté. Les essais de fatigue traction-traction sont effectués à trois niveaux de contraintes : 40%, 60% et 80% de la contrainte à rupture en traction quasi-statique avant ou après impact.

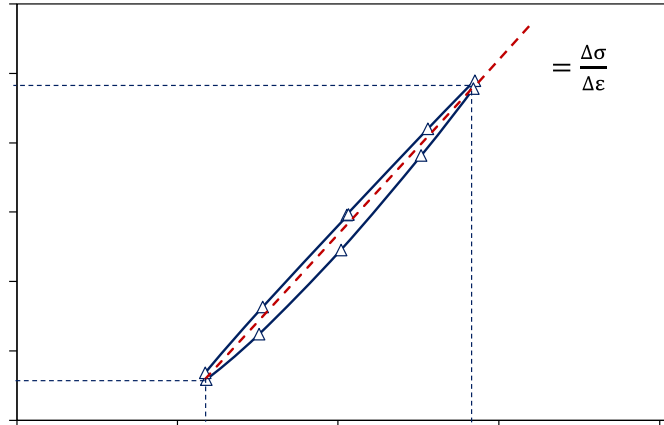


Figure 2.10 – Boucle d’hystérésis du cycle $N = 10$ d’une éprouvette LUM0S testée en fatigue à $80\% \sigma_R$.

À noter qu’avant chaque essai de fatigue et pour chaque éprouvette, la rigidité du système (Eprouvette-Machine) est optimisée via le réglage PID de la machine.

Mesure des déformations en fatigue

La mesure de déformation des éprouvettes lors des essais de fatigue a été faite par deux techniques :

- avec un extensomètre à couteaux du type INSTRON n°2620-601, d’écartement 12,5 mm, avec une extension de ± 5 mm. L’extensomètre est positionné au centre de l’éprouvette.
- via le déplacement de la traverse de la machine.

Cependant, la mesure de déformation par la deuxième technique peut différer de l’extensomètre en raison des déformations propres à la machine de fatigue. Il a été décidé de réaliser des essais préliminaires à 80% de σ_R , sur un nombre limité de cycles, pour comparer les deux méthodes. D’après la Figure 2.11, on constate que pour les LUM0S et LUM090S, les déformations sont comparables entre les deux techniques.

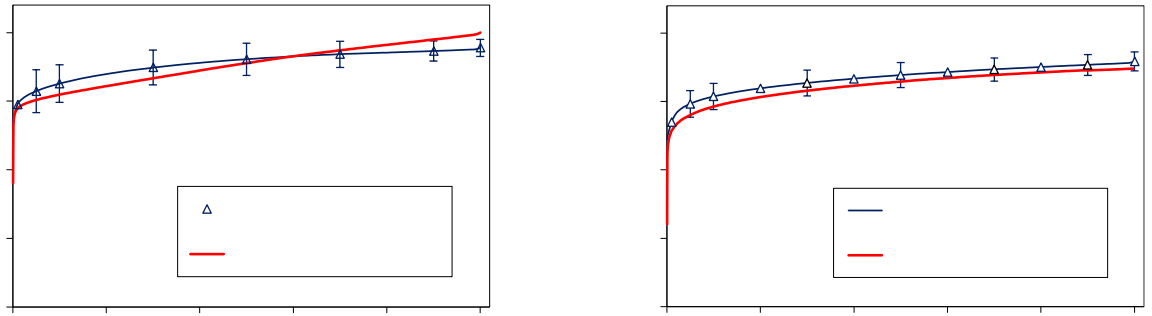


Figure 2.11 – Mesure de la déformation par le déplacement de la traverse et par un extensomètre pour des éprouvettes (a) LUM0S et (b) LUM090S non-impactées en fatigue à $\sigma_{\max} = 0,8 \sigma_R$.

Dans ses travaux, Malpot [Malpot 2017] a montré qu’il existe une relation linéaire entre la déformation (ε) mesurée par un extensomètre et le déplacement (X) de la traverse (Eq 2.6) telle que :

$$\varepsilon = \eta X \quad (\text{Eq. 2.6})$$

où η est le coefficient de linéarité. De plus, une déformation relative ($\Delta\varepsilon$) peut être déterminée à partir du déplacement de la traverse X_N au cycle considéré N et du déplacement de la traverse X_0 au cycle 0, telle que :

$$\Delta\varepsilon = \frac{X_N - X_0}{X_0} \quad (\text{Eq. 2.7})$$

Cette expression montre que la déformation relative ne dépend plus du coefficient de linéarité mais uniquement de la position de la traverse. Les courbes d’évolution de la déformation relative sont présentées sur la Figure 2.12 en comparant avec la déformation maximale obtenue à partir du déplacement de la traverse (Eq. 2.8) ;

$$\varepsilon = \frac{\Delta X}{L_0} \quad (\text{Eq. 2.8})$$

où L_0 représente la longueur de la zone utile de l’éprouvette et ΔX la variation du déplacement de la traverse. On constate qu’elles suivent une même évolution et que l’écart demeure constant tout au long de l’essai (Figure 2.12).

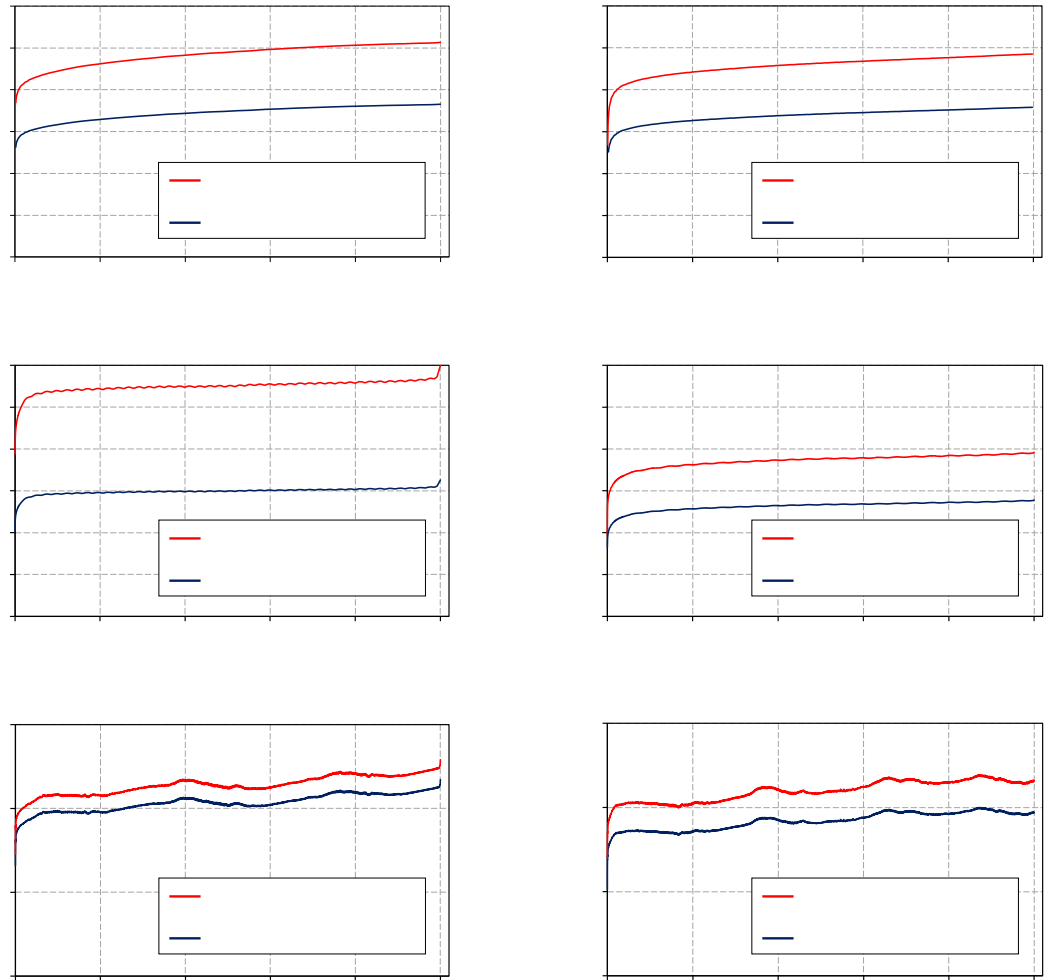


Figure 2.12 – Courbes d'évolution de la déformation maximale relative et de la déformation maximale calculée à partir du déplacement de la traverse pour les trois niveaux de charge en fatigue sur des éprouvettes non-impactées de : (a), (b) et (c) LUM0S et (d), (e) et (f) LUM090S.

Ces essais préliminaires montrent ainsi qu'il est possible de déterminer la déformation en fatigue à partir du déplacement de la traverse. Cette méthode a aussi été appliquée dans les travaux de Liang et de Gillet [Liang 2012a; Gillet 2022] où il a été démontré l'existence d'une linéarité entre la déformation mesurée par l'extensomètre et celle calculée par le déplacement de la traverse de la machine. À noter aussi que, tel que montré sur la Figure 2.13, la surface des éprouvettes lin/époxy testées en fatigue à 80% σ_R avec un extensomètre à couteaux montre les marques des

couteaux, ce qui pourrait conduire à l'initiation de fissures. Dans la suite de ce travail, on présentera donc les déformations en fatigue déterminées à partir du déplacement de la traverse.

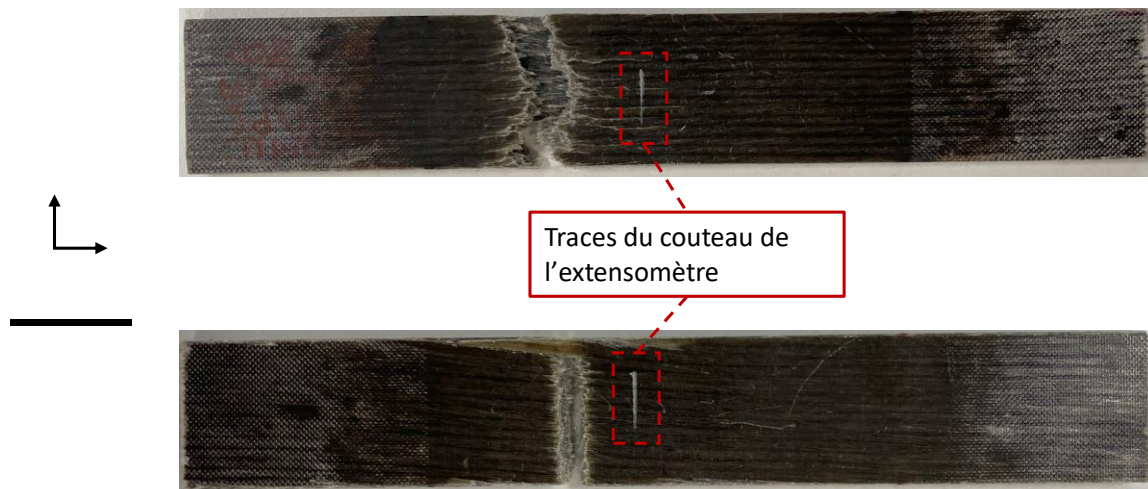


Figure 2.13 – Eprouvettes de lin/époxy rompues, testées en fatigue à $80\% \sigma_R$ avec un extensomètre à couteaux.

2.2.4.2 Auto-échauffement des éprouvettes

Le phénomène d'auto-échauffement est présent en fatigue dans les matériaux composites à base de polymères [Gning et al., 2011; Habibi et al., 2019a]. Cette augmentation de température peut modifier la résistance en fatigue, surtout si la température devient supérieure à la température de transition vitreuse de la résine. Dans le cas présent, $T_{amb} = 23^\circ\text{C}$ et $T_g = 68^\circ\text{C}$, donc $\Delta T_{max} = T_g - T_{amb} = 45^\circ\text{C}$: l'intervalle d'acceptabilité de l'augmentation de la température est donc de 45°C . Mais la norme ASTM D3479 [ASTM D 3479/D 3479M] recommande que l'augmentation maximale de la température du composite soumise à un essai de fatigue ne dépasse pas 10°C . La fréquence de sollicitation et le niveau de chargement sont les paramètres influençant l'auto-échauffement. Le choix de la fréquence de sollicitation doit être un compromis entre l'auto-échauffement, le nombre d'essais de fatigue et la durée de ces essais. Pour cette étude, des essais de fatigue instrumentés d'un thermocouple ont été réalisés afin de mesurer la température de surface des éprouvettes (Figure 2.14) lors d'essais de fatigue à 80% de s_R . Pour une fréquence de 5 Hz , l'évolution des températures de surface et les températures maximales atteintes sont présentées sur la Figure 2.15 et dans le Tableau 2.5, respectivement.



Figure 2.14 – Mesure de la température d’une éprouvette VUD0 à l’aide d’un thermocouple.

La Figure 2.15 montre que la variation de température des éprouvettes lin/époxy reste inférieure ou égale à 20°C tandis que pour les éprouvettes verre/époxy, le ΔT est autour de 10°C. À noter que, pour le VUD0 et le LUM0S, les dernières mesures de température sont presque à 90% du nombre de cycles à la rupture N_f (Tableau 2.5). Ces mesures permettent de confirmer que la condition d’augmentation de la température $\Delta T \ll 45^\circ\text{C}$ est respectée pour les éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour un niveau de charge de $80\%\sigma_R$ et une fréquence de 5 Hz. De plus, dans la littérature, il a été montré que le phénomène d’auto-échauffement est directement proportionnel au niveau de charge appliqué [Liang et al. 2012; Sawadogo 2009; El Sawi et al. 2014]. Plus le niveau de charge est élevé, plus l’augmentation de la température est élevée. Il est donc raisonnable de supposer que la température de surface des éprouvettes ne s’approchera pas de la T_g de la résine pour les deux autres niveaux de chargements plus faibles. Enfin, dans la littérature, de nombreux auteurs ont utilisé une fréquence de 5Hz lors des essais de fatigue sur biocomposites comme [Liang et al. 2014; Bensadoun et al. 2016; Jeannin et al. 2019; Seghini et al. 2020]. La fréquence de 5 Hz sera donc maintenue pour le reste de cette étude.

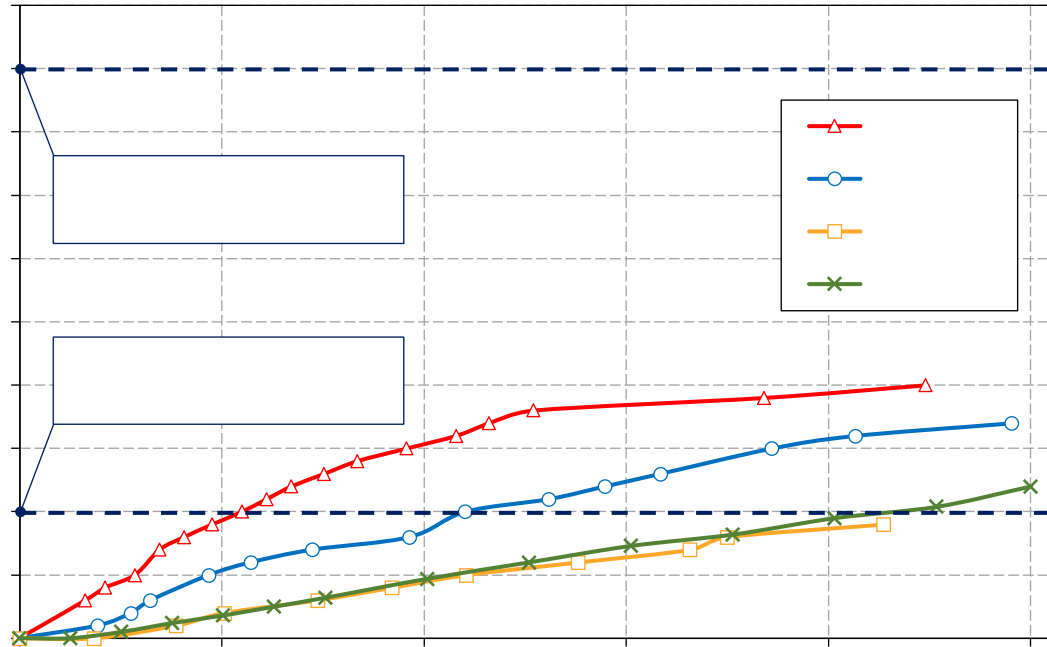


Figure 2.15 – Courbes d'évolution de la variation de température à la surface des éprouvettes testées en fatigue à $80\% \sigma_R$.

Tableau 2.5 – Valeurs maximales de ΔT mesurées à la surface des éprouvettes testées en fatigue à $80\% \sigma_R$.

	ΔT et le nombre de cycles de la dernière mesure avant N_f	N_f
LUM0S	20°C à 2750 cycles	3068 cycles
LUM090S	17°C à 1780 cycles	1814 cycles
VUD0	9°C à 1160	1357 cycles
VUD090	12°C à 992 cycles	992 cycles

2.2.5 Géométrie des éprouvettes, usinage et nombre de répétitions

Pour tous les essais mécaniques dans ce travail, les plaques sont découpées de manière à obtenir des éprouvettes à section rectangulaire constante. Dans la suite de cette section, les dimensions des éprouvettes ainsi que les méthodes d'usinage utilisées et le nombre d'essais réalisés sont détaillés.

2.2.5.1 Essais d'impact

Les dimensions des éprouvettes pour les essais d'impact sont basées sur les recommandations de la norme ASTM [ASTM D7136/D7136M]. Les dimensions des éprouvettes sont données dans le Tableau 2.6 en fonction du type de stratifié. À noter que dans le cas du lin/époxy, la largeur (l) des éprouvettes est légèrement inférieure à 100 mm. Cette largeur de 90 mm est choisie pour s'adapter aux dimensions finales des stratifiés moulés, compte tenu des dimensions du renfort obtenues par le procédé de fabrication utilisant la formette dynamique. Cela n'a pas influencé les résultats d'impact compte tenu des dimensions du montage d'impact et des endommagements observés. À l'UQTR, les éprouvettes sont obtenues en découpant les plaques à l'aide d'une scie à ruban. À l'ESTACA, les plaques sont découpées par le biais d'une fraiseuse à commande numérique (Charly Robot).

Tableau 2.6 – Dimensions et nombre des éprouvettes d'impact.

	Longueur, L (mm)	Largeur, l (mm)	Nombre de répétitions
Lin/époxy (LUM0S, LUM0F, LUM090S et LUM090F)	150	90	Au moins 3 essais par type de stratifié et par énergie d'impact
Verre/époxy (VUD0 et VUD090)	150	100	2 essais par type de stratifié et par énergie d'impact

2.2.5.2 Essais de traction et de fatigue avant et après impact

Le choix des dimensions des essais de traction et de fatigue est basé sur les recommandations des normes ASTM [ASTM D3039/D3039M] et [ASTM D 3479/D 3479M], respectivement. Pour les essais de traction et de fatigue sur des éprouvettes non-impactées (Tableau 2.7), une même largeur de 25 mm est choisie pour toutes les éprouvettes. Cette valeur est recommandée pour des

épreuves à renforts tissés ou unidirectionnels à configuration croisée. Elle est largement supérieure à celle mentionnée pour des éprouvettes à configuration UD (composite unidirectionnel). Dans le cas présent, ce choix est basé sur le fait qu'il y a présence d'un liant mat dans les stratifiés $[0]_8$ lin/époxy. Puisque ce dernier est fait de fibres courtes de 6 ± 1 mm, il a été jugé préférable d'assurer un contenu maximum de fibres courtes (de pleine longueur) sur la largeur de l'éprouvette pour mieux refléter le liant mat testé. Cette même largeur fut aussi choisie pour les VUD0 pour garder les mêmes dimensions pour toutes les éprouvettes. En ce qui concerne la longueur (L) de 150 mm, ce choix est fait en respectant une longueur minimale (L_{min}) recommandée par la norme et calculée à partir de l'Eq. 2.9 ;

$$L_{min} = d_m + 2l + L_j \quad (\text{Eq. 2.9})$$

avec ;

L_{min} : longueur minimale recommandée par ASTM D3039 ;

d_m : longueur totale prise dans les mors (ici égale à $2 \times 40 \text{ mm} = 80 \text{ mm}$) ;

l : largeur de l'éprouvette (ici égale à 25 mm) ;

L_j : longueur de jauge (ici égale à 12,5 mm).

Ce qui fait un total de 142,5 mm, ce qui explique notre choix pour une longueur de 150 mm. Cette longueur représente aussi un choix optimal pour minimiser le nombre de plaques à mouler et donc le nombre de renforts lin UD-mat à fabriquer étant donné le nombre important d'essais réalisés. À noter que des essais de traction sur des éprouvettes à configuration $[90]_8$, notées LUM90S et VUD90, ont également été effectués afin de pouvoir mesurer certaines propriétés dans la direction transverse aux fibres. En ce qui concerne les éprouvettes de traction et de fatigue après impact, la largeur des éprouvettes est fixée à 30 mm (Tableau 2.8) afin de conserver toute la zone endommagée dans la partie utile de l'éprouvette. Il convient de noter que des talons en composite verre/époxy à renfort tissé ont été ajoutés sur les éprouvettes VUD090 testées en traction avant et après-impact.

Tableau 2.7 – Dimensions et nombre des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour les essais de fatigue et de traction sur des éprouvettes non impactées.

	Longueur, L (mm)	Largeur, l (mm)	Nombre de répétitions
Lin/époxy (LUM0S, LUM090S et LUM90S)	150	25	Au moins 3 essais de traction et au moins 3 essais de fatigue pour chaque niveau de charge
Verre/époxy (VUD0, VUD090 et VUD90)	150	25	3 essais de traction et au moins 3 essais de fatigue pour chaque niveau de charge

Tableau 2.8 – Dimensions et nombre des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy pour les essais de fatigue post-impact.

	Longueur, L (mm)	Largeur, l (mm)	Nombre de répétitions
Lin/époxy (LUM0S, LUM090S)	150	30	3 essais de traction et 3 essais de fatigue pour chaque niveau de charge
Verre/époxy (VUD0 et VUD090)	150	30	3 essais de traction et 3 essais de fatigue pour chaque niveau de charge

La Figure 2.16 montre un schéma d'une éprouvette impactée destinée à un essai mécanique après impact, avec l'axe X qui représente la direction de chargement en traction.

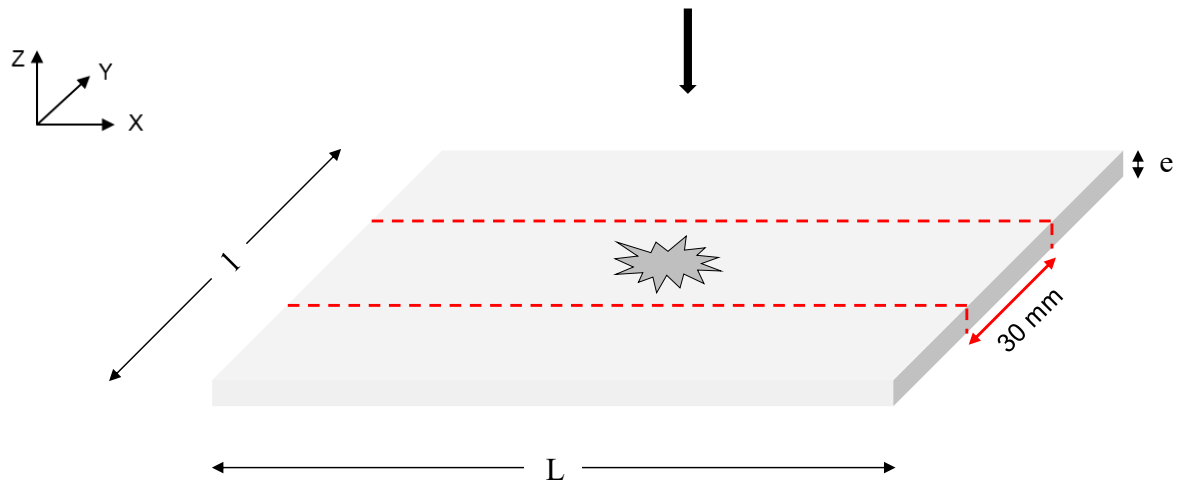


Figure 2.16 – Schéma géométrique d'une éprouvette impactée avec les lignes de découpe (en rouge) d'une éprouvette destinée à l'essai mécanique post-impact.

2.3 Techniques pour analyser l'endommagement

2.3.1 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) sert à produire des images d'échantillons à des grossissements importants. À l'aide d'un JEOL JBM-7000 MEB FEG, des observations des faciès de rupture des éprouvettes sont effectués. Pour cette étude, une tension d'accélération de 7 kV est appliquée. L'utilisation du MEB nécessite que le matériau soit conducteur. Or, les composites de cette étude sont non-conducteurs. Un métalliseur Cressington 108 Auto est donc utilisé pour réaliser le dépôt d'un film mince de type Or-Palladium (Au-Pd) sur la surface d'intérêt. Un exemple de faciès de rupture observé au MEB est présenté sur la Figure 2.17.

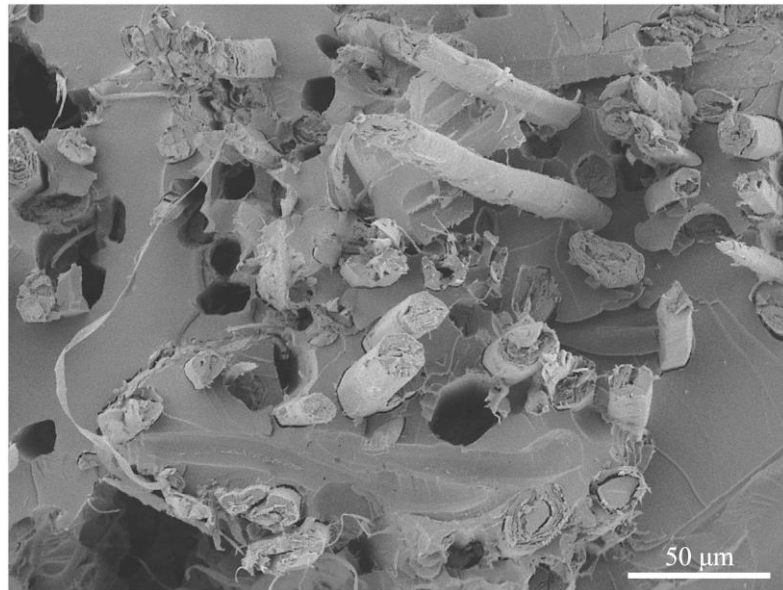


Figure 2.17 – Exemple d'observation au MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette LUMOS, rompue en fatigue à 80% de σ_R .

2.3.2 Microtomographie

La technique de microtomographie (μ -CT) par rayon X permet de générer une image en 3D d'un objet et de visualiser sa composition interne. Le principe de cette technique est la reconstruction de volumes tridimensionnels à partir d'une séquence d'images de projection prises tandis que le matériau est en rotation autour d'un axe. Le résultat de la reconstruction est une série d'images des différentes sections consécutives le long d'un même axe (Figure 2.18).

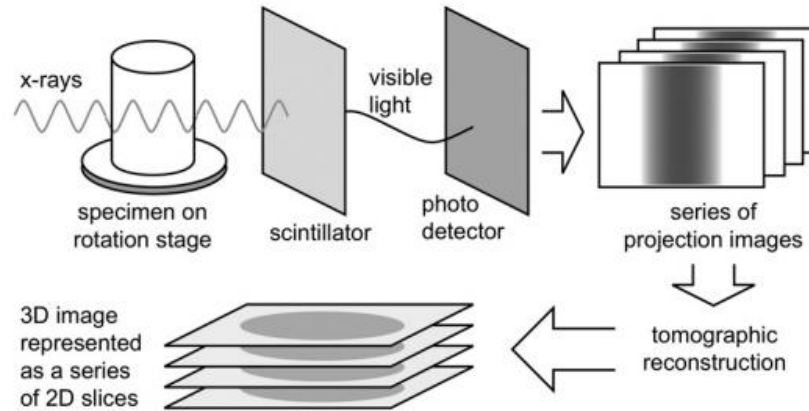


Figure 2.18 – Processus d'acquisition et de reconstruction d'images RX pour l'obtention d'une carte tridimensionnelle [Landis and Keane 2010].

Le principe de base de l'imagerie par tomographie est lié à la physique d'absorption des rayons X. La capacité d'absorption du matériau dépend du nombre et du type d'atomes rencontrés le long du trajet du faisceau. Donc en général, pour une énergie des photons de rayons X fixe, les éléments de nombre atomique inférieur absorbent moins de rayonnement que les éléments de nombre atomique plus élevé [Landis and Keane 2010].

Dans ce travail, les observations microtomographiques sont réalisées à l'Institut PPRIME à l'aide d'un UltraTom CT Scanner de RX solution (France) (Figure 2.19).

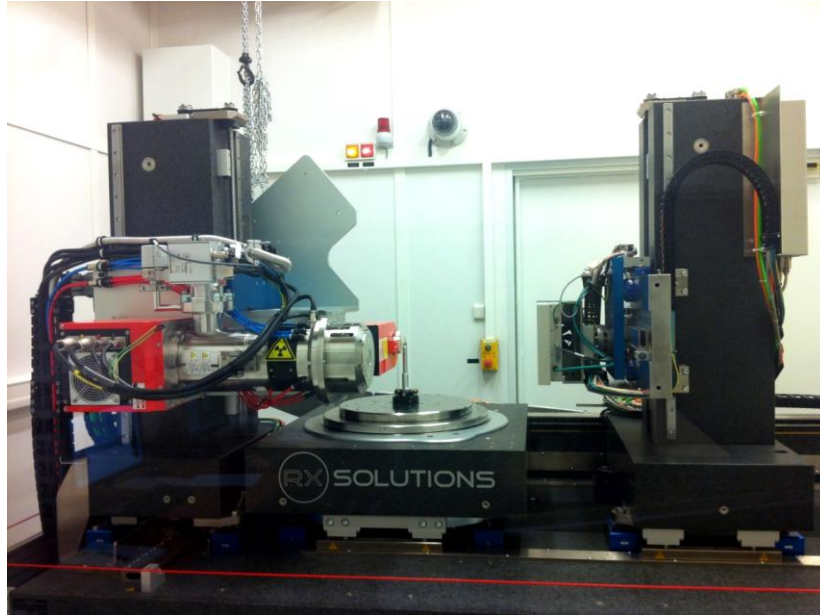


Figure 2.19 – Le microtomographe UltraTom CT Scanner de l’Institut PPRIME.

Le volume de chaque éprouvette est scanné avec une résolution de $30 \mu\text{m}$, un courant de faisceau de 141 mA et une tension d’accélération de 70 kV. De plus, le détecteur plan de rayons X utilisé est un panneau de 1920×1536 pixels muni de pixels de $127 \mu\text{m}$. Il est constitué d’un écran scintillateur CsI inséré dans une couche de silicone amorphe. Le temps d’acquisition microtomographique dans le cas présent est d’environ 2 heures. Pour la reconstruction 3D, les radiographies sont capturées sur une rotation de 360° avec un pas de rotation de 0.32° , soit 1125 valeurs angulaires. Le volume reconstruit est enregistré sous formes d’images dans les plans (X-Y), (X-Z) et (Y-Z). Ces images sont analysées et post-traitées en utilisant le logiciel Fiji, libre de droit.

La Figure 2.20 montre par exemple le volume reconstruit à partir d’une microtomographie sur une éprouvette LUM0S. L’application de cette technique sur les composites présente de nombreux avantages, tels que l’évaluation de la qualité de la plaque, la quantification de la porosité, la vérification de l’orientation des fibres, l’observation et l’analyse des endommagements.

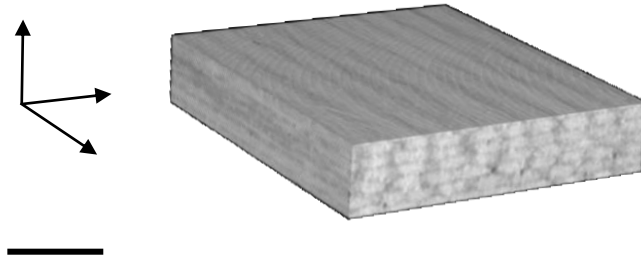


Figure 2.20 – Reconstruction 3D obtenue par microtomographie sur une éprouvette LUM0S.

Sur la Figure 2.21 sont illustrées les différentes étapes pour déterminer le taux de porosité par segmentation dans une éprouvette LUM0S.

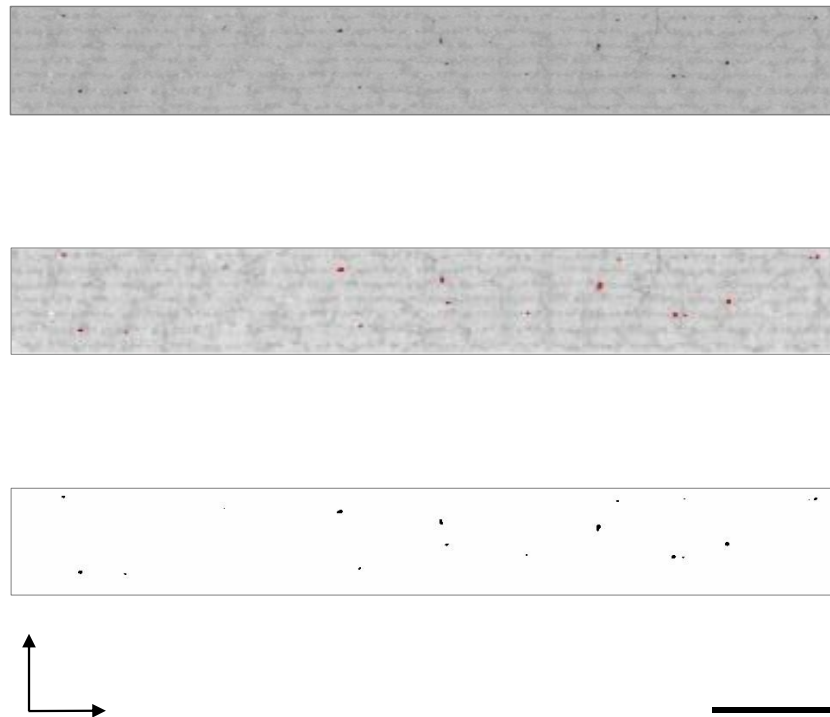


Figure 2.21 – Identification de la porosité dans un stratifié LUM0S par segmentation. (a) Image non-traitée, (b) image en cours de segmentation, (c) image résultante permettant la quantification de la porosité.

Dans cette étude, les résultats ont montré que le taux de porosité (V_p) est inférieur à 1% dans toutes les éprouvettes observées.

Bilan du Chapitre II

Dans ce chapitre, les procédés de fabrication des matériaux ont été détaillés en débutant par la présentation du procédé de fabrication du renfort lin UD-mat et du procédé de fibrillation de surface des fibres courtes. Par le procédé RTM, les plaques de lin/époxy (standard et fibrillé) et verre/époxy ont été fabriquées avec un V_f de 40%, environ. Une étude du comportement sous impact des matériaux a été effectuée au département de Génie Mécanique à l'UQTR. Les essais de traction et de fatigue avant et après impact ont été réalisés dans le laboratoire du pôle Mécanique des Structures Composites et Environnement à l'ESTACA. Les techniques de microscopie électronique à balayage et de microtomographie à rayons X ont été employées afin d'effectuer des observations des endommagements. Ces inspections sont réalisées à l'Institut Pprime. Le taux de porosité a été évalué par microtomographie et il a été montré qu'il ne dépasse pas 1%.

Chapitre III

Résistance à l'impact et comportement en traction

Dans ce chapitre, la réponse à un impact mécanique à faible vitesse (faible énergie d'impact) sur des stratifiés lin/époxy à renforts UD-mat faits de fibres courtes fibrillées et non-fibrillées est présentée et comparée à celle de stratifiés verre/époxy. Les grandeurs mécaniques correspondantes ainsi que les endommagements créés sont examinés, permettant de comparer les matériaux entre eux et en particulier d'étudier l'effet de la fibrillation. Puis le comportement en traction quasi-statique des stratifiés lin/époxy standard et verre/époxy est déterminé. Les paramètres mécaniques obtenus ont ensuite permis d'alimenter un modèle numérique simplifié, à l'échelle macroscopique, afin de simuler un impact sur le lin/époxy. Les résultats de cette simulation sont comparés aux grandeurs obtenues expérimentalement.

3.1 Tenue à l'impact à basse vitesse et effet de la fibrillation

Dans cette première partie du chapitre, l'influence d'un impact à basse vitesse est analysée sur une plage d'énergie allant de 3 J à 11 J. Cette étude a été réalisée au Laboratoire de génie mécanique de l'UQTR à l'aide d'une tour de chute Instron CEAST 9350 décrite au Chapitre 2. Les microtomographies ont été réalisées à l'Institut P' à l'ENSMA.

3.1.1 Force d'impact

Les Figures 3.1 et 3.2 montrent des courbes force-temps typiques (représentatives) pour l'ensemble des stratifiés lin/époxy et verre/époxy soumis à quatre niveaux d'énergie d'impact différents : 3J, 5J, 8J et 11J. La Figure 3.1 concerne les lin/époxy unidirectionnels $[0]_8$ (LUM0S pour le matériau standard, c'est-à-dire non fibrillé, et LUM0F pour le matériau fibrillé), et les stratifiés lin/époxy croisés (LUM090S pour le matériau standard et LUM090F pour le matériau fibrillé).

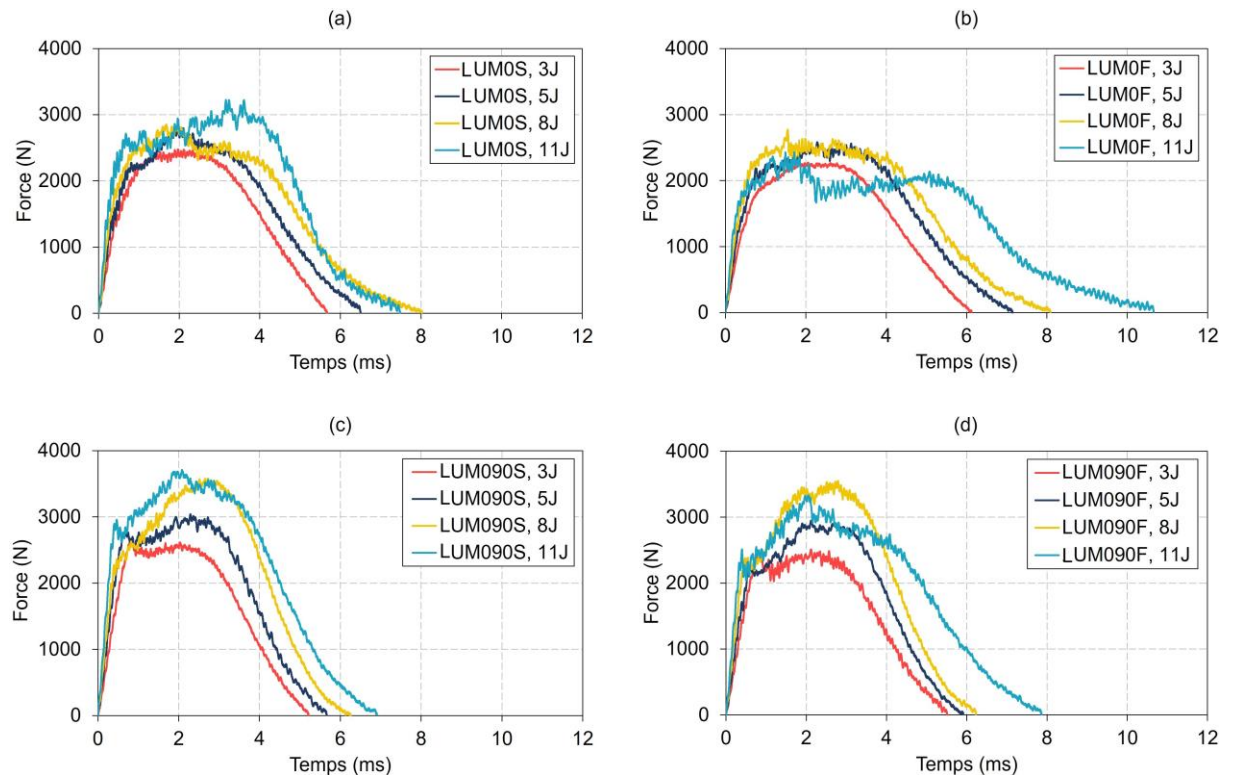


Figure 3.1 – Courbes force-temps des stratifiés de lin/époxy avec et sans fibrillation pour chaque énergie d'impact : (a) LUM0S, (b) LUM0F, (c) LUM090S et (d) LUM090F.

On observe sur la Figure 3.1 que la forme des courbes peut être décomposée en trois parties

distinctes. Tout d'abord, il y a une partie élastique linéaire correspondant à la réponse élastique du composite. Ensuite, la force maximale est atteinte avant, finalement, de décroître. De façon générale, pour les LUM0S et les LUM0F, à chaque énergie d'impact, un plateau de force de quelques millisecondes est observé dans les courbes force-temps avant une diminution de celle-ci. Ce plateau représente la progression de l'endommagement dans les composites de lin. Pour les composites lin/époxy faits de fibres courtes non-fibrillées (Figures 3.1a et c), la force maximale augmente progressivement avec l'énergie d'impact, passant de 2400 N à 3 J à 3200 N à 11 J pour les LUM0S et de 2300 N à 3 J à 3600 N à 11 J pour les LUM090S. La même tendance est obtenue pour les composites lin/époxy faits de fibres courtes fibrillées (Figures 3.1b et d) jusqu'à une énergie d'impact de 8 J (charge maximale égale à 2800 N pour LUM0F et 3500 N pour LUM090F). Pour le niveau d'énergie le plus élevé, 11 J, les composites fibrillés atteignent une force maximale légèrement plus faible qu'à 8J, qui ne dépasse pas en moyenne 2400 N et 3300 N pour les stratifiés UD et croisés, respectivement. Les éprouvettes fibrillées montrent également une durée de contact plus élevée que celle des échantillons lin/époxy standard, en particulier à 11 J (Figures 3.1b et d), en raison d'un endommagement plus sévère et d'une restitution d'énergie plus faible.

Les biocomposites à plis croisés de cette étude atteignent une force maximale dans la phase d'endommagement à environ 2-3 ms. Le seuil d'endommagement est dépassé même pour la plus faible énergie d'impact de 3 J. La durée de contact des LUM090F est légèrement plus élevée que celle des LUM090S pour une même énergie d'impact. Encore une fois, un plateau est observé dans la phase d'endommagement, mais seulement à de faibles énergies d'impact (3 J et 5 J), alors que pour des énergies plus élevées, la force augmente de façon monotone jusqu'à un maximum compris entre 3300 N et 3500 N.

La Figure 3.2 présente les résultats obtenus pour les composites verre/époxy unidirectionnels [0]_s (VUD0) et les verre/époxy croisés (VUD090). La Figure 3.2 montre que le comportement à l'impact des stratifiés de verre/époxy (VUD0 et VUD090) est très différent de celui des lin/époxy. Les composites verre/époxy ne présentent pas le plateau observé pour les lin/époxy (Figure 3.1). Les courbes force-temps des verre/époxy ont plutôt une allure de cloche. La force maximale augmente avec l'énergie d'impact pour les deux séquences d'empilement.

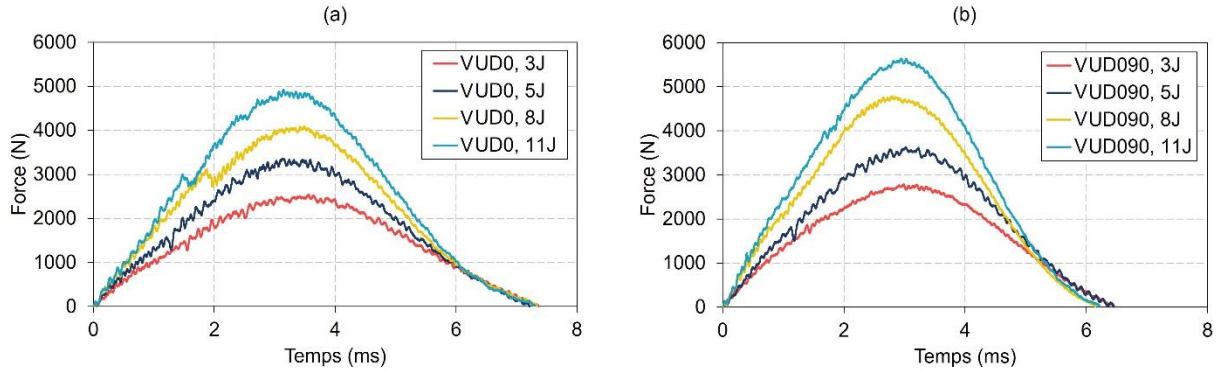


Figure 3.2 – Courbes force-temps des stratifiés de verre/époxy pour chaque énergie d’impact : (a) VUD0 et (b) VUD090

Dans le Tableau 3.1 sont regroupées les durées de contact moyennes mesurées lors des essais d’impact pour les quatre niveaux d’énergie testés et pour l’ensemble des matériaux étudiés. On retrouve dans ce tableau la différence de comportement entre le lin/époxy et le verre/époxy : si la durée de contact a tendance à augmenter avec le niveau d’énergie pour les stratifiés lin/époxy, elle reste quasiment constante pour les quatre énergies d’impact pour les stratifiés verre/époxy. La Figure 3.3 présente une comparaison des forces d’impact maximales atteintes pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy UD (Figure 3.3a) et à plis croisés (Figure 3.3b).

Tableau 3.1 – Durée de contact lors de l’impact pour chaque niveau d’énergie appliqué pour les composites de lin/époxy et verre/époxy

Energie d’impact (J)	Durée de contact (ms)			
	3	5	8	11
LUM0S	$5,84 \pm 0,21$	$6,53 \pm 0,12$	$7,68 \pm 0,41$	$7,63 \pm 0,15$
LUM0F	$6,08 \pm 0,06$	$7,18 \pm 0,42$	$8,04 \pm 0,75$	$10,42 \pm 0,28$
LUM090S	$5,29 \pm 0,10$	$5,90 \pm 0,26$	$6,24 \pm 0,47$	$7,04 \pm 0,32$
LUM090F	$5,66 \pm 0,21$	$6,00 \pm 0,30$	$6,36 \pm 0,18$	$7,83 \pm 0,42$
VUD0	$7,37 \pm 0,01$	$7,23 \pm 0,02$	$7,38 \pm 0,05$	$7,65 \pm 0,48$
VUD090	$6,53 \pm 0,10$	$6,44 \pm 0,02$	$6,17 \pm 0,04$	$6,23 \pm 0,03$

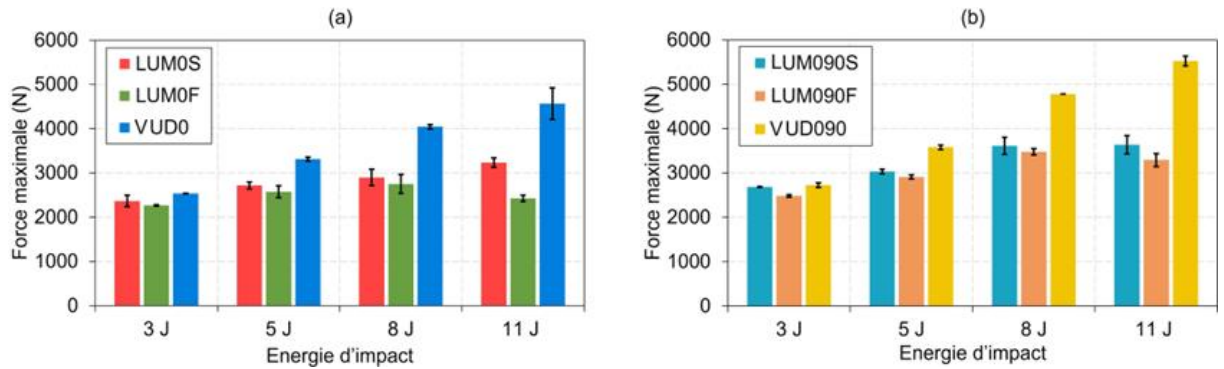


Figure 3.3 – Force maximale atteinte lors des essais d’impact à différents niveaux d’énergie pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy (a) $[0]_8$ et (b) $[0/90]_{2S}$.

Les résultats présentés sur la Figure 3.3a montre que pour les UD de lin et jusqu’à 8 J, les forces maximales sont similaires entre LUM0S et LUM0F. Cependant à 11 J, la force maximale est nettement plus élevée pour le LUM0S (autour de 3200 N) que celle de LUM0F, cette dernière étant même inférieure à sa valeur obtenue à 8 J, ce qui suggère une dégradation de la résistance à l’impact pour les LUM0F à des énergies plus élevées. Les mêmes observations sont faites pour les stratifiés de lin à plis croisés (Figure 3.3b), toutefois la différence entre le stratifié standard et fibrillé est moins évidente à 11J en prenant en compte les écarts-types. Dans le cas des composites verre/époxy, on observe, pour les deux séquences d’empilement, une augmentation progressive de la force maximale avec le niveau d’énergie. De plus, la force maximale atteinte est toujours supérieure dans les verre/époxy par comparaison avec les lin/époxy, en particulier à 8 J et 11 J quel que soit l’empilement. Dans l’ensemble, la fibrillation de surface des fibres courtes de la couche mat de lin ne semble pas avoir un impact positif sur la force maximale atteinte par rapport au renfort UD-mat de lin standard. Il semble même que la fibrillation réduise la force maximale atteinte pour une énergie d’impact de 11 J, ce qui suggère que des endommagements plus importants se sont produits.

3.1.2 Déplacements maximal et permanent

Les courbes force-déplacement pour toutes les configurations et tous les niveaux d’énergie des stratifiés lin/époxy et verre/époxy sont présentées dans les Figures 3.4 et 3.5 respectivement. Toutes les courbes obtenues pour les éprouvettes lin/époxy présentent des formes similaires. En les comparant à celles du verre/époxy, on constate un déplacement permanent et une dissipation d’énergie (correspondant aux surfaces à l’intérieur des boucles de la courbe de charge-décharge)

beaucoup plus élevés. En comparant les Figures 3.1 et 3.4, on observe que le déplacement permanent augmente avec la durée de contact. Selon Liang et al. [Liang et al. 2015], une augmentation de la durée de contact correspond à une propagation de l'endommagement dans le matériau. Les LUM0S et LUM0F ont des déplacements maximaux et permanents similaires pour l'énergie d'impact la plus faible de 3 J. Avec l'augmentation de l'énergie, le déplacement maximal de LUM0F est toujours supérieur à celui de LUM0S, de sorte qu'à 11 J, les déplacements maximal et permanent de LUM0F atteignent respectivement $5,877 \pm 0,149$ mm et $4,201 \pm 0,363$ mm. De plus, à ce niveau d'énergie de 11J, la force augmente progressivement dans la phase d'endommagement pour l'échantillon LUM0S (voir Figure 3.4a) alors qu'une chute de force est observée dans la même portion de courbe pour le LUM0F (Figure 3.4b). Une fois de plus, ce type de comportement suggère un endommagement plus élevé pour les stratifiés ayant des fibres courtes fibrillées, puisque des déplacements maximaux et permanents plus élevés sont obtenus avec une diminution progressive de la force dans la phase d'endommagement. En examinant les Figures 3.1a et 3.1b, 3.4a et 3.4b, il semble qu'à 11 J, un seuil d'énergie ait été dépassé de sorte que le comportement à l'impact des éprouvettes avec fibrillation change brusquement. Les raisons derrière ce changement et la chute correspondante des propriétés d'impact ne sont pas clairement identifiées, mais l'hypothèse suivante est avancée pour expliquer ces résultats. Après fabrication du renfort, la couche mat à fibres courtes fibrillées a un aspect de surface plus "lisse" que le mat standard tel que montré sur la Figure 2.3 du Chapitre 2. Cela est dû aux microfibrilles partiellement détachées à la surface des fibres raffinées, qui ont tendance à remplir les interstices entre les fibres courtes. Sous une force d'impact, cette "densification" du mat raffiné entraînerait davantage d'endommagements en réduisant l'effet d'amortissement au choc des fibres de lin. La fibrillation, bénéfique pour les propriétés en traction sous chargement monotone, comme cela a été rapporté dans les travaux de Bernaoui et al. [Bernaoui et al. 2022], n'aurait donc qu'un effet nul voire légèrement négatif dans le cas des essais d'impact, en particulier lorsqu'un certain seuil d'énergie est dépassé. Bien sûr, cette hypothèse reste à confirmer, mais elle est plausible puisque la principale différence entre les liants mat standard et raffiné est cette « densification » constaté du mat raffiné.

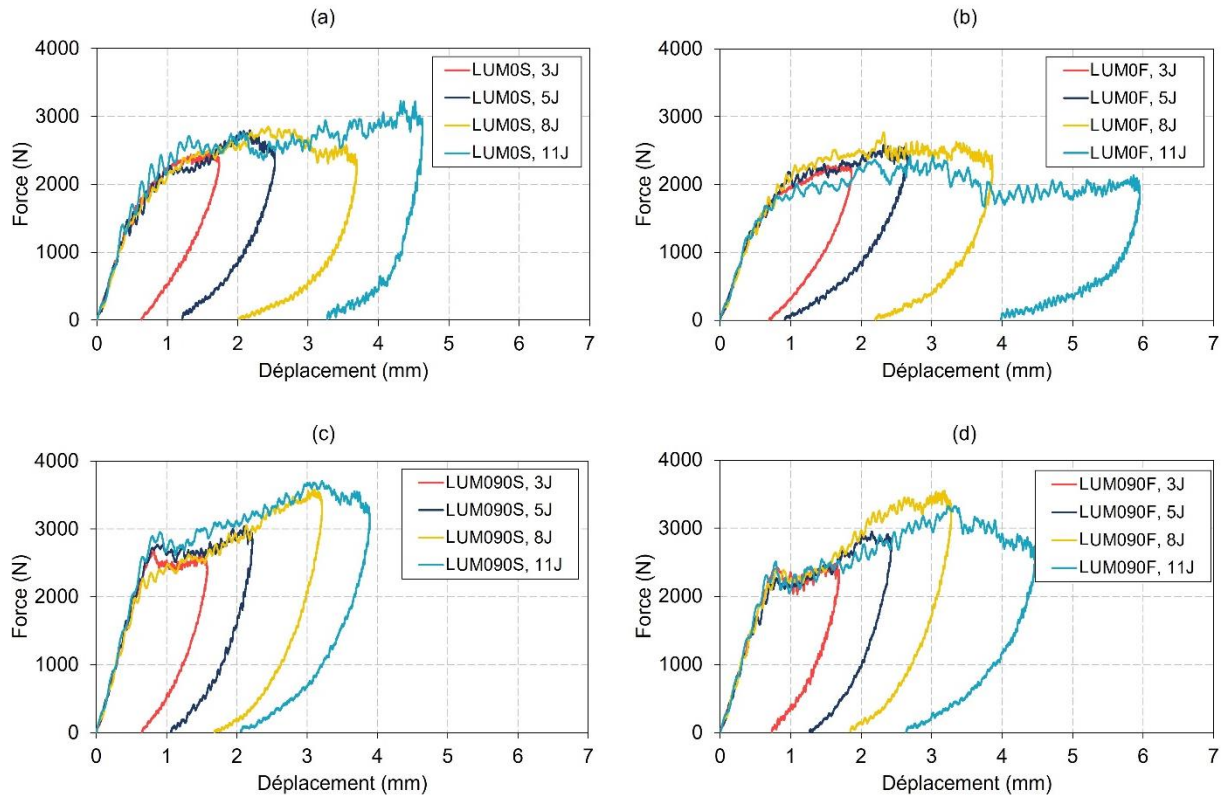


Figure 3.4 – Courbes force-déplacement lors des essais d’impact sur les stratifiés de lin/époxy avec et sans fibrillation pour chaque niveau d’énergie appliqué : (a) LUM0S, (b) LUM0F, (c) LUM090S et (d) LUM090F

D’après les Figures 3.4c et d, on constate que les stratifiés à plis croisés LUM090S et LUM090F présentent des tendances semblables à celles des stratifiés UD. On notera cependant sur les courbes force-déplacement des stratifiés LUM090S et LUM090F une légère diminution de la force juste après avoir dépassé le seuil d’endommagement (entre 0,8 et 1 mm). On observe ensuite une augmentation graduelle de la force lors de la phase d’endommagement, et, dans le cas de 11J uniquement, une diminution progressive de la force à la fin de cette phase.

Pour le niveau d’énergie le plus élevé, les différences des déplacements maximaux et permanents entre les standards et les fibrillés sont plus faibles dans le cas des stratifiés croisés que dans le cas des UD. La présence de fibres unidirectionnelles continues dans deux directions (0° et 90°) limite donc l’augmentation du déplacement de l’éprouvette fibrillée. La fibrillation n’étant présente que dans la couche mat, elle a davantage d’influence dans les stratifiés unidirectionnels LUM0 que dans les LUM090 car, dans ce cas, seules les fibres courtes du mat contribuent à la résistance du stratifié dans la direction transverse.

Pour le verre/époxy (Figure 3.5) et contrairement au lin/époxy, aucun plateau n'est détecté. En outre, toutes les boucles des courbes force-déplacement montrent une surface nettement plus petite que celle des stratifiés du lin/époxy, suggérant ainsi une restitution d'énergie plus élevée et moins d'énergie dissipée. Pour un niveau d'énergie d'impact appliqué de 11J, les déplacements maximaux des stratifiés verre/époxy ($4,871 \pm 0,144$ mm pour le VUD0 et $4,166 \pm 0,012$ mm pour le VUD090) sont toutefois comparables à ceux des stratifiés lin/époxy standard pour une même configuration ($4,552 \pm 0,095$ mm pour le LUM0S et $4,068 \pm 0,186$ mm pour le LUM090S). À noter que toutes les courbes force-déplacement, tant pour les stratifiés de lin que de verre, sont des boucles fermées, ce qui signifie qu'aucune éprouvette testée n'a été perforée.

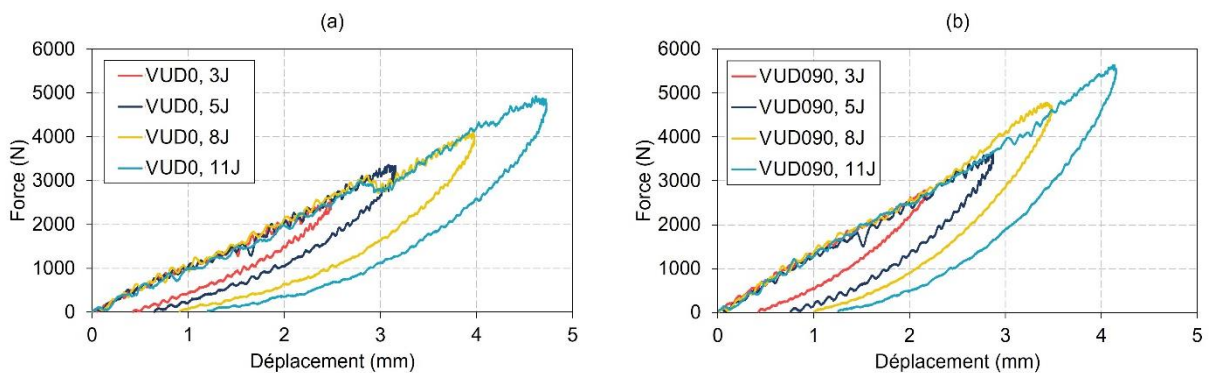


Figure 3.5 – Courbes force-déplacements lors des essais d'impact sur les stratifiés de verre/époxy pour chaque niveau d'énergie appliqué : (a) VUD0 et (b) VUD090

La Figure 3.6 présente les histogrammes des déplacements permanents pour les stratifiés unidirectionnels (Figure 3.6a) et croisés (Figure 3.6b). On peut voir que, pour les deux configurations, les stratifiés verre/époxy présentent les déplacements permanents les plus faibles pour tous les niveaux d'énergie d'impact. Pour les faibles énergies, les déplacements permanents des stratifiés lin/époxy standard et ceux avec fibrillation sont similaires, mais une augmentation significative est détectée pour le LUM0F à 8 J et s'accroît encore à 11 J.

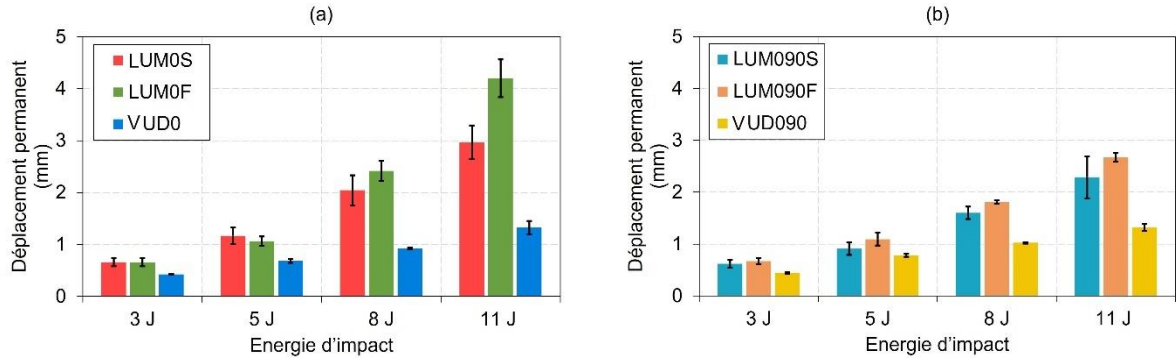


Figure 3.6 – Déplacements permanents mesurés lors des tests d’impact pour chaque niveau d’énergie appliqué pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy : (a) $[0]_8$ et (b) $[0/90]_{2s}$.

Pour les stratifiés LUM0, il apparaît donc que le renfort UD-mat de lin standard est plus performant que le renfort à couche mat fibrillée. Pour les stratifiés à plis croisés (LUM090) et compte tenu des écarts-types, la fibrillation ne semble pas avoir une grande influence sur le déplacement permanent comparativement au non-fibrillé.

3.1.3 Absorption d’énergie

L’énergie absorbée correspond à la surface à l’intérieur de la boucle charge-décharge de la courbe force-déplacement. La Figure 3.7 montre l’énergie absorbée pour les stratifiés unidirectionnels (Figure 3.7a) et croisés (Figure 3.7b) pour tous les niveaux d’énergie. L’absorption d’énergie est largement supérieure pour les stratifiés lin/époxy comparé au verre/époxy et ce, pour les deux configurations de stratifiés. En outre, l’énergie absorbée augmente progressivement avec l’énergie d’impact, mais demeure toujours inférieure à celle-ci, ce qui confirme qu’aucune éprouvette testée n’a été perforée.

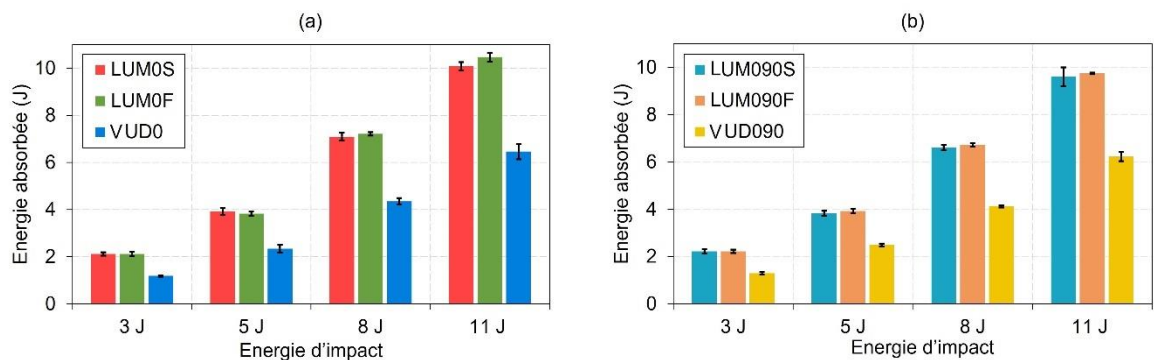


Figure 3.7 – Energie absorbée lors des tests d’impact pour chaque niveau d’énergie appliqué pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy : (a) $[0]_8$ et (b) $[0/90]_{2s}$.

Si l'on compare les Figures 3.4, 3.6 et 3.7 pour les stratifiés de lin/époxy, les forces d'impact légèrement inférieures dans la phase d'endommagement combinées au déplacement permanent plus important des éprouvettes à fibres courtes fibrillées, mènent à des énergies absorbées très similaires à celles des éprouvettes à fibres courtes non-fibrillées. Dans les deux cas, l'absorption d'énergie élevée est liée aux différents mécanismes d'endommagement qui peuvent se développer lors des tests d'impact, tels que les fissures matricielles, le délaminage et les ruptures de fibres [Monti et al. 2017]. Ces mécanismes d'endommagement seront détaillés dans la section 3.1.5.

L'absence de perforation des éprouvettes suggère que le liant mat dans les LUM0 contribue largement à la dissipation d'énergie en supportant efficacement les efforts dans la direction transversale aux fibres UD. Mais la fibrillation comme telle, du moins pour les niveaux d'énergie testés, n'a pratiquement aucun effet sur l'absorption d'énergie par rapport aux stratifiés à renforts UD-mat standards (non-fibrillés). Les différentes formes des courbes force-déplacement entre les stratifiés lin/époxy et verre/époxy témoignent de leur aptitude différente à pouvoir absorber l'énergie d'un impact. Les composites à fibres de lin combinent une forte absorption d'énergie (surface intérieure à la boucle charge-décharge) à une faible restitution d'énergie (surface sous la courbe de décharge). A l'inverse, les composites verre/époxy présentent à la fois une faible absorption d'énergie et une forte restitution d'énergie.

Pour pouvoir effectuer une comparaison quantitative des énergies, le taux d'énergie absorbée, calculé comme le rapport entre l'énergie absorbée et l'énergie d'impact, est représenté sur la Figure 3.8, pour tous les niveaux d'énergie appliqués, pour les stratifiés lin/époxy standards (a), lin/époxy avec fibrillation (b) et verre/époxy (c).

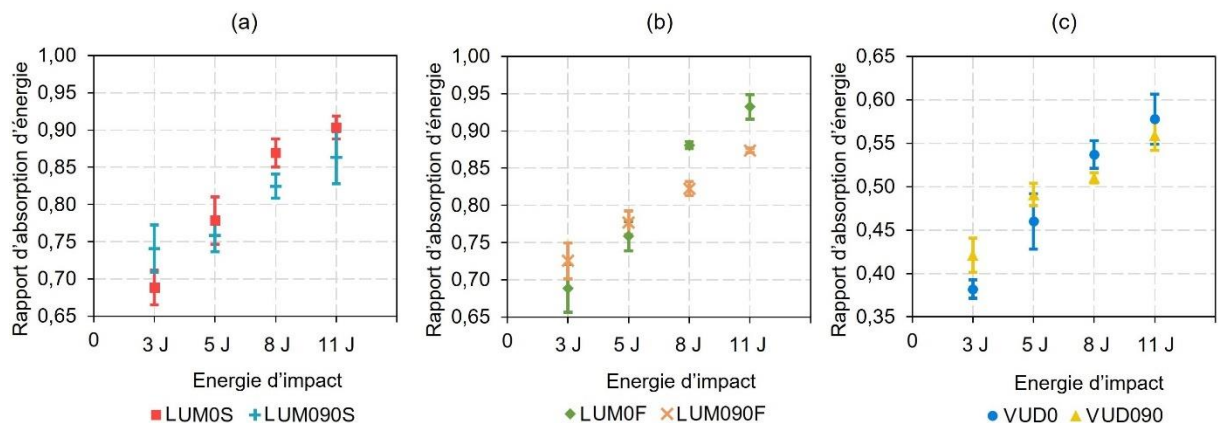


Figure 3.8 – Taux d'énergie absorbée pour les stratifiés de : (a) lin/époxy standard, (b) lin/époxy avec fibrillation et (c) verre/époxy.

Pour tous les stratifiés, la Figure 3.8 montre que, comme attendu, le taux d'énergie absorbée augmente progressivement avec l'énergie d'impact. En comparant les Figures 3.8a et b, on constate que les LUM0S et LUM0F présentent des rapports presque égaux, de même pour les LUM090S et LUM090F. Pour les stratifiés verre/époxy, les tendances en termes d'absorption d'énergie sont similaires à celles des stratifiés lin/époxy, mais le rapport énergie absorbée/énergie d'impact est en moyenne de 40% inférieur à celui des stratifiés lin/époxy. Pour tous les stratifiés, le taux d'énergie absorbée des stratifiés UD est plus faible que celui des stratifiés à plis croisés (0/90) à faibles énergies (3 et 5 J) et cette tendance est inversée à énergies plus élevées (8 et 11 J). Ceci est plus évident pour les stratifiés de lin, en particulier ceux avec fibrillation comme le montre la Figure 3.8b. Cela pourrait être expliqué par des mécanismes d'endommagement différents selon le niveau d'énergie d'impact appliqué : des endommagements dominés par le délaminage et les fissures matricielles à basse énergie (3 et 5 J) et dominés par les ruptures de fibres à haute énergie (8 et 11J), ce type d'endommagement étant beaucoup plus prononcé pour les LUM0. Ce qui se traduirait par un taux d'absorption d'énergie plus élevé pour les LUM0 aux énergies plus élevées de par la résilience élevée des fibres de lin lors d'une rupture en tension. Cette hypothèse sera validée dans les sections 3.1.4 et 3.1.5 qui suivent.

3.1.4 Analyse des endommagements externes

Des observations visuelles des endommagements externes ont tout d'abord été effectuées sur les différentes éprouvettes testées. Les images des faces frontale et arrière sont respectivement présentées sur les Figures 3.9 et 3.10 pour toutes les énergies d'impact. À noter que pour une configuration donnée (unidirectionnelle ou croisée), on observe une forme similaire de la zone endommagée pour le lin/époxy à renforts UD-mat standards et fibrillés. Chaque cas sera analysé plus en détail dans les sections suivantes.

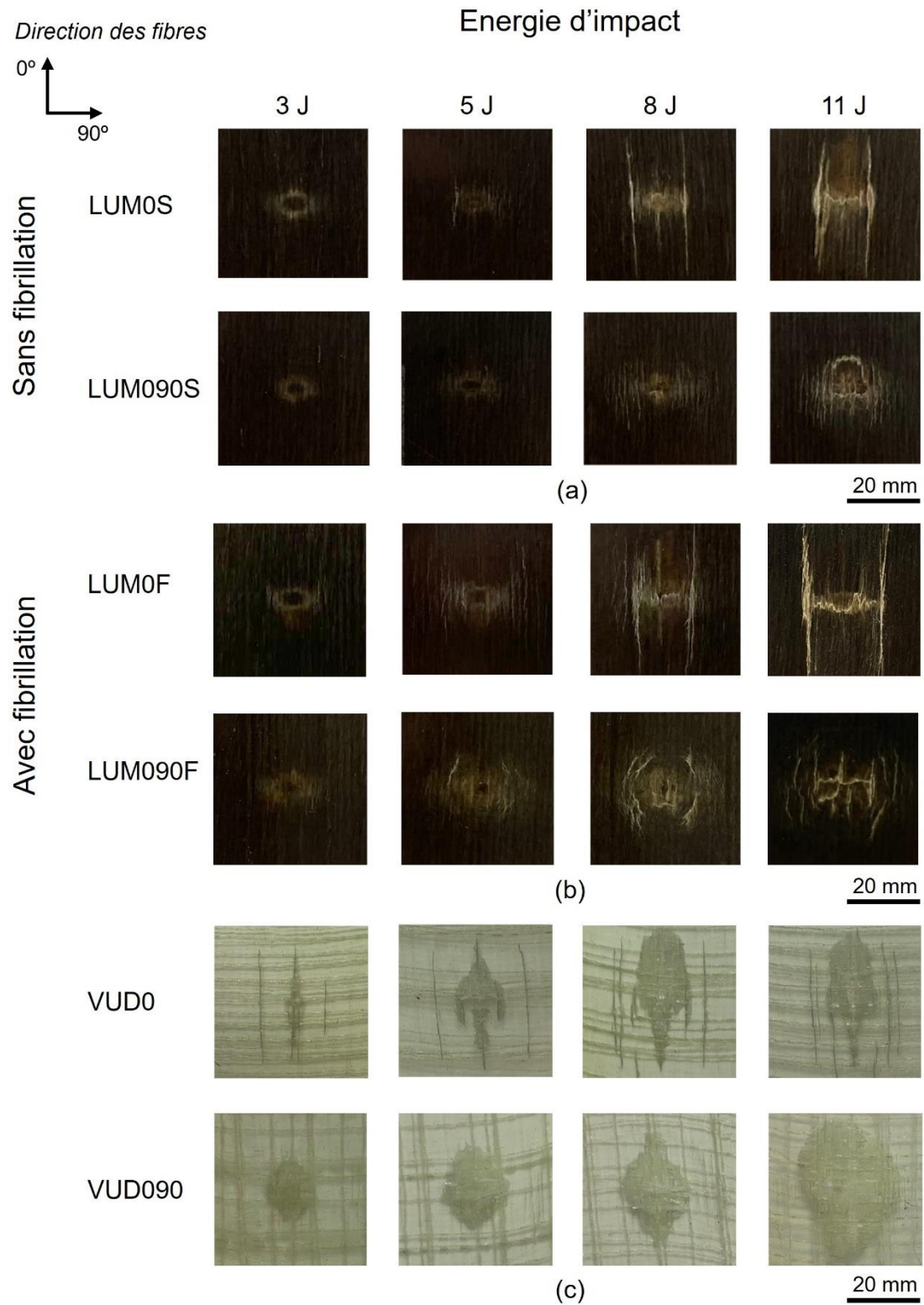


Figure 3.9 – Face frontale des éprouvettes impactées : (a) LUM0S et LUM090S, (b) LUM0F et LUM090F, (c) VUD0 et VUD090.

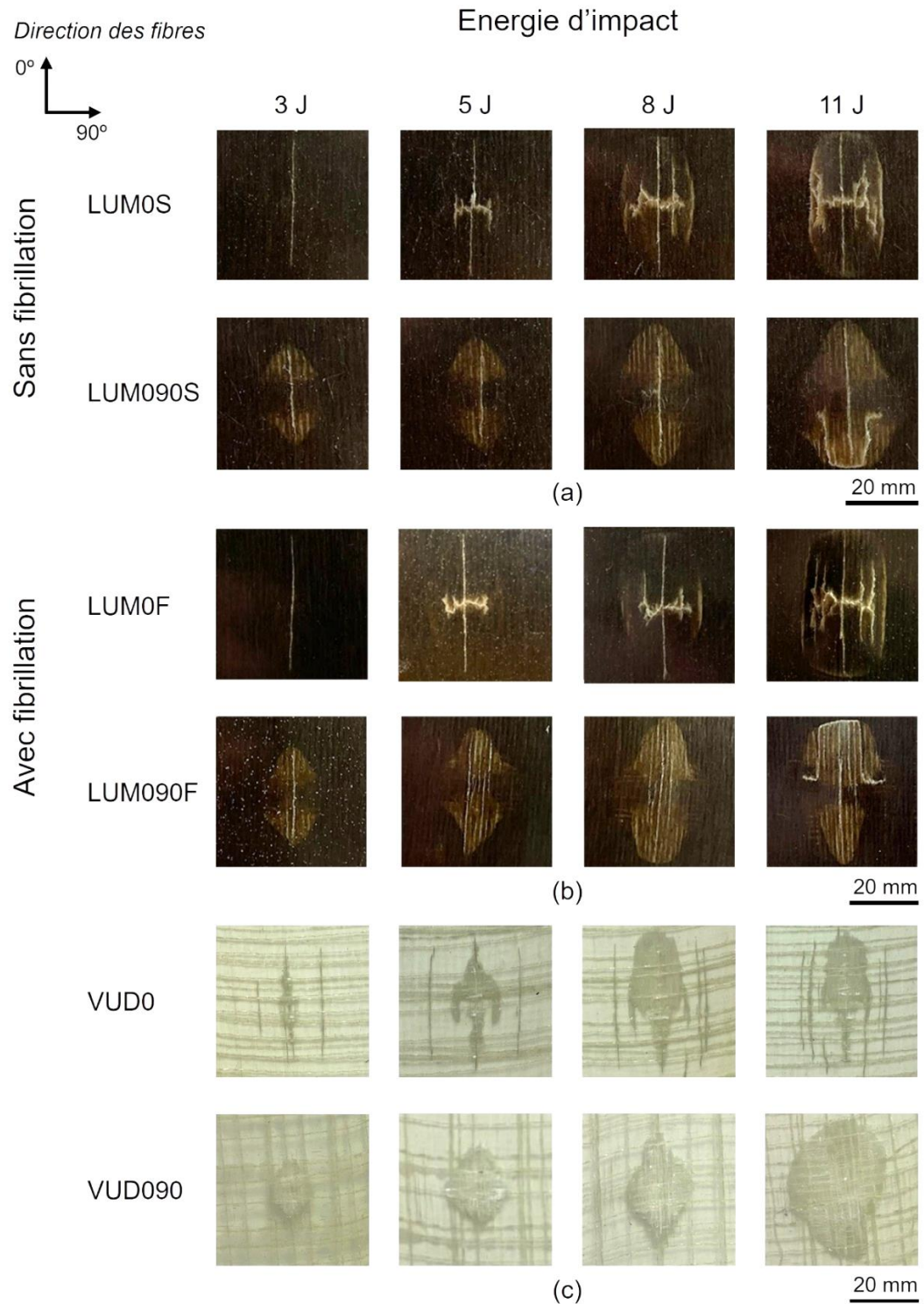


Figure 3.10 – Face arrière des éprouvettes impactées : (a) LUM0S et LUM090S, (b) LUM0F et LUM090F, (c) VUD0 et VUD090.

3.1.4.1 Stratifiés unidirectionnels lin/époxy

Face frontale

Tout d'abord, sur la face frontale, on observe dès la plus basse énergie d'impact de 3J, une marque permanente laissée par l'impacteur hémisphérique (Figure 3.9a et b). À 5J, cet endommagement demeure petit mais commence à être plus perceptible pour les LUM0F. À partir de 8J, l'endommagement de la face impactée devient plus prononcé avec des fissures longitudinales, du délaminage et des ruptures de fibres marquant des endommagements facilement détectables pour les LUM0S et les LUM0F avec une surface plus endommagée pour ces derniers à une énergie de 11J.

Face arrière

Pour les stratifiés LUM0 impactés à 3J, bien que l'endommagement sur la face impactée soit minime, une longue fissure matricielle longitudinale et centrale est détectée sur la face arrière (Figure 3.10a et b), due à la flexion de l'éprouvette lors de l'impact. Avec une augmentation de l'énergie d'impact, des fissures transverses apparaissent ainsi que d'autres fissures longitudinales. Une forme elliptique de l'endommagement apparaît aux énergies plus élevées, avec les fissures longitudinales et transverses agissant comme axes primaire et secondaire, sans différence évidente entre les LUM0S et les LUM0F. À 11 J, les endommagements deviennent plus prononcés avec une densification des fissures transverses et l'apparition de nombreuses fissures longitudinales. La même tendance est observée pour les LUM0F.

3.1.4.2 Stratifiés croisés lin/époxy

Face frontale

De même que pour le cas des UD lin/époxy, la marque permanente de l'impacteur aux plus bas niveaux d'énergie est minime (Figure 3.9a et b). Cette marque s'agrandit avec l'énergie d'impact, mais dans ce cas une forme circulaire de l'endommagement est observée avec l'apparition de fissures matricielles et de la rupture de fibres avec un endommagement plus prononcé dans le cas des LUM090F.

Face arrière

Pour les stratifiés lin/époxy à plis croisés, l'endommagement sur la face arrière prend la forme d'un papillon, avec deux triangles situés de chaque côté du point d'impact (Figure 3.10a et b),

correspondant à des délaminages entre les couches du côté non impacté, comme cela sera observé ultérieurement sur les microtomographies. Une augmentation progressive de la surface endommagée est relevée. À 11 J, une fine fissure transversale est détectée pour les stratifiés LUM090S et LUM090F, avec une densification des fissures longitudinales à partir de 5 J pour les LUM090F. Ces formes d'endommagement sont similaires à celles observées sur un stratifié graphite/époxy à plis croisés [Aymerich and Priolo 2008]. Enfin, en comparant les ruptures dans les stratifiés de lin UD et croisés, il est clair que la rupture des fibres est dominante dans les stratifiés UD aux énergies d'impact élevées, tandis que pour les stratifiés croisés, le délaminage domine pour tous les niveaux d'énergie.

3.1.4.3 Stratifiés verre/époxy

Les Figure 3.9c et 3.10c présentent des images des faces frontale et arrière pour les stratifiés verre/époxy impactés. Il faut noter qu'en raison de la transparence des composites verre/époxy, il n'y a pas de différences entre les endommagements vus sur les faces arrière et frontale. Les principaux dommages visibles sont des fissures matricielles et du délaminage. Les lignes noires horizontales, visibles en raison de la transparence du composite, sont les fils de trame qui ne constituent que 4% en masse du renfort UD de verre. Le délaminage commence à 5 J et la surface délaminée augmente avec l'énergie d'impact pour prendre une forme elliptique aux énergies plus élevées. Pour le VUD090, le délaminage est plutôt circulaire à 3 J, mais change de forme avec l'augmentation d'énergie d'impact pour ressembler plutôt à une ellipse à 8J et 11 J. Des observations similaires ont été faites dans la littérature pour des stratifiés verre/époxy à $V_f = 58\%$ [Namala et al. 2014; Singh et al. 2015]. La principale différence d'endommagement entre les stratifiés lin/époxy et verre/époxy est la rupture des fibres, qui n'a pas été détectée pour les stratifiés à fibres de verre.

La section 3.1.5 présente des analyses microtomographiques sur les composites de lin pour étayer les observations externes faites ci-dessus.

3.1.5 Analyse des endommagements internes par microtomographie

Les Figures 3.11 et 3.12 montrent des images faites par microtomographie pour les stratifiés LUM0 et LUM090 respectivement (impactés à 5 J et 8 J) dans deux plans d'observation, le plan (Y-Z) normal à la direction des fibres longitudinales et le plan (X-Z) parallèle aux fibres longitudinales. Tout d'abord, les images montrent très peu de porosité détectable (points circulaires sombres sur les images) dans les éprouvettes testées. Comme évoqué au Chapitre 2, la porosité des éprouvettes est de l'ordre de 1% et à ce niveau, elle est considérée comme n'ayant pas d'effet notable sur le comportement des composites étudiés.

Comme attendu, les éprouvettes impactées à 5J présentent moins d'endommagements internes que celles impactées à 8 J. Une plus grande courbure des éprouvettes est observée à 8 J, en conformité avec la tendance d'un déplacement permanent plus élevé à plus forte énergie d'impact de la Figure 3.6. Des fissures de flexion en face arrière, parallèles à la direction des fibres longitudinales, sont détectables dans les Figures 3.11a et 3.12a. Ce phénomène était prévisible puisque la contrainte de traction est maximale à cet endroit. Ces endommagements correspondent aux fissures longitudinales montrées sur la Figure 3.10. Par ailleurs, des fissures matricielles dues à des contraintes de cisaillement apparaissent à 8 J pour LUM0S et LUM0F, avec du délaminage près du plan médian correspondant à l'axe neutre de flexion des éprouvettes.

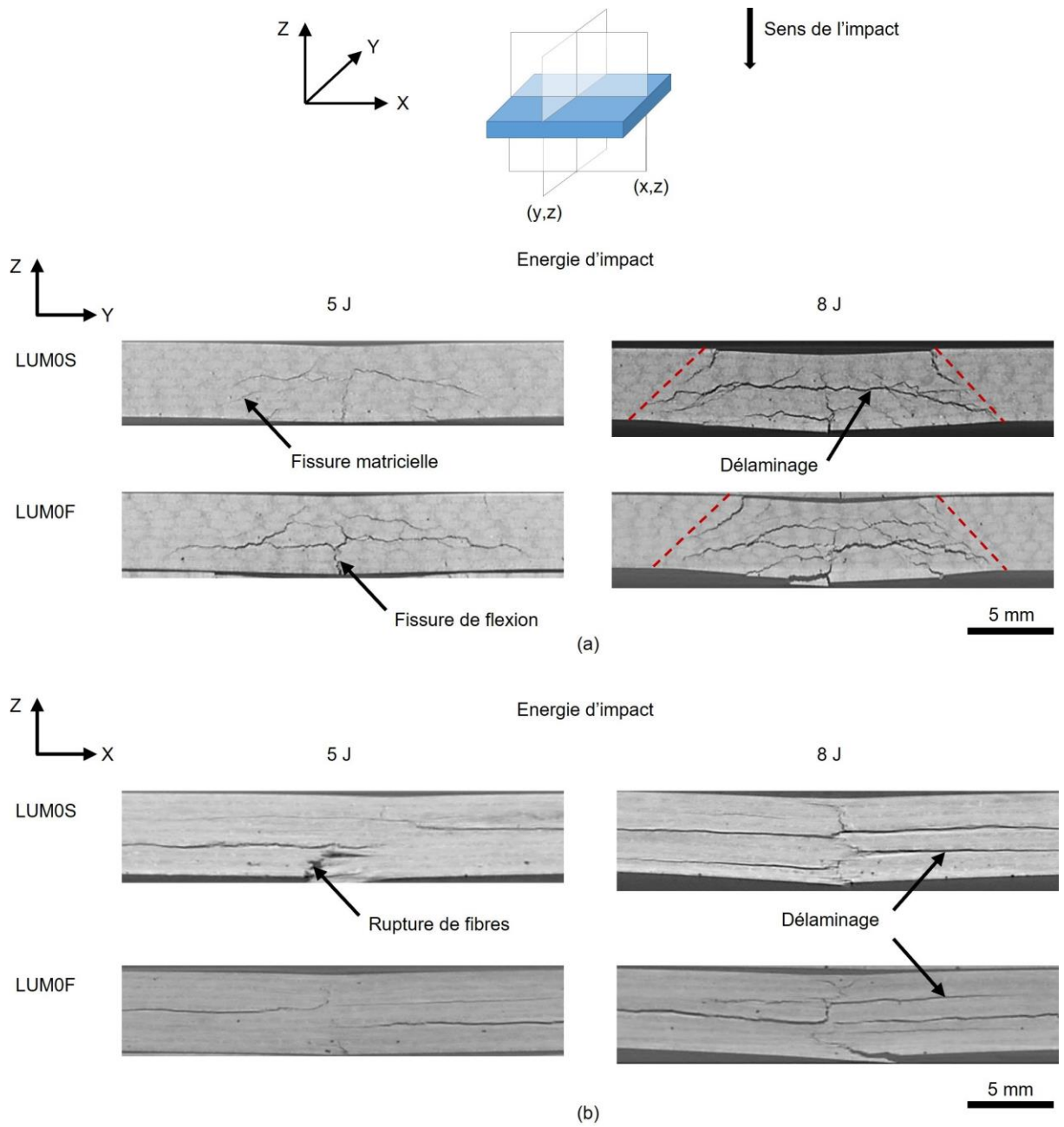


Figure 3.11 – Images par microtomographie d'éprouvettes LUM0S et LUM0F impactées à 5 J et à 8 J, dans les plans : (a) (Y-Z) et (X-Z).

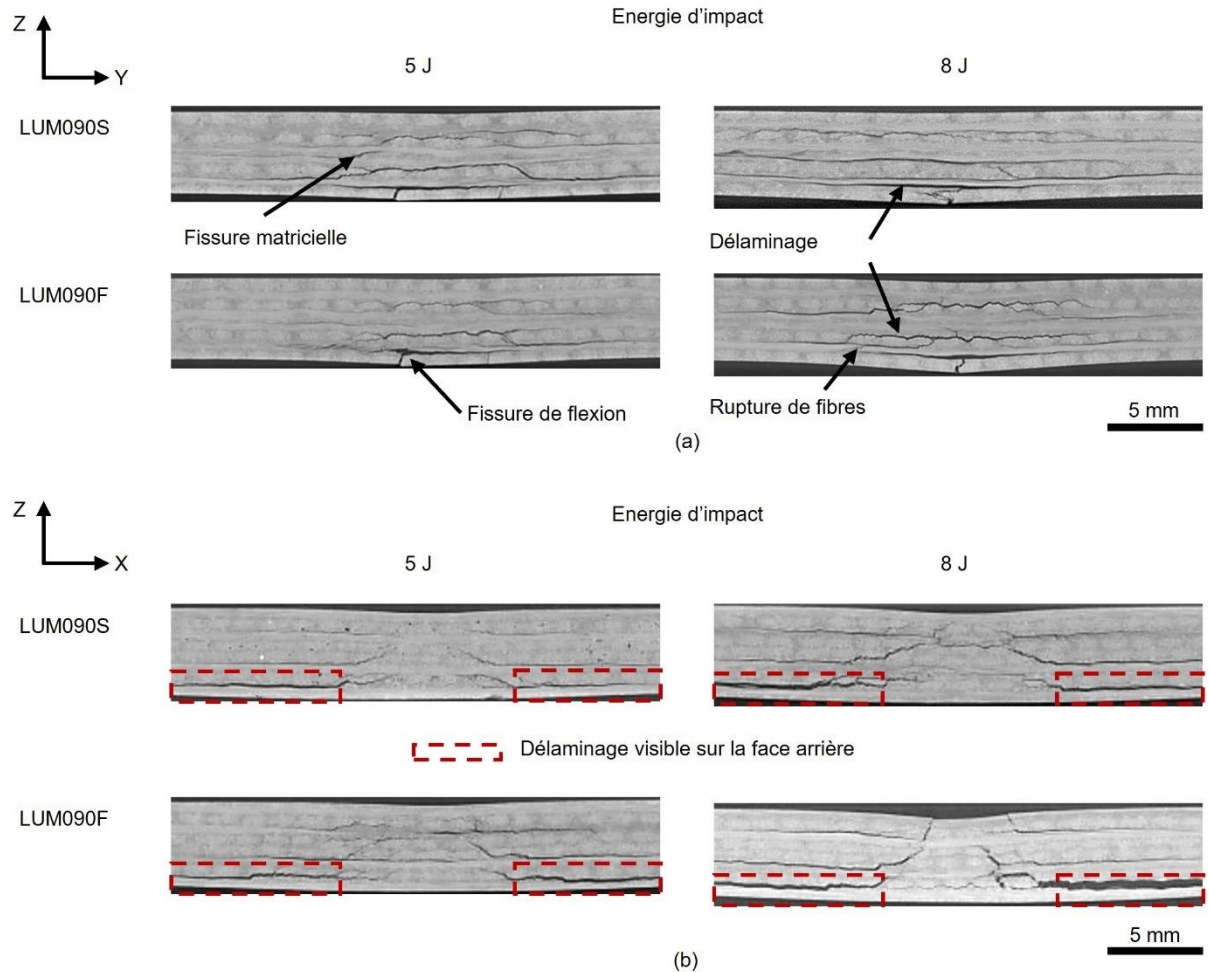


Figure 3.12 – Images par microtomographie d'éprouvettes LUM090S et LUM090F impactées à 5 J et à 8 J, dans les plans : (a) (Y-Z) et (X-Z).

Dans le plan (Y-Z) des stratifiés LUM0 (Figure 3.11a), une forme conique de l'endommagement est observée (délimitée par les lignes rouges en pointillés) avec le cône ouvert vers le bas dans l'épaisseur du stratifié. Dans le plan (X-Z), on observe à la fois des ruptures de fibres et du délaminage. Les ruptures de fibres correspondent à la fissure transverse observée sur la face arrière des éprouvettes impactées tel que montrée sur la Figure 3.10a, tandis que le délaminage est principalement responsable de la forme allongée (elliptique) de l'endommagement.

La Figure 3.13 présente des images de microtomographie reconstruites en 3D par le logiciel ImageJ pour les éprouvettes LUM0S et LUM090S impactées à 5 J. Elles montrent une vue volumique des différents endommagements et permettent de mieux cerner leur contour de propagation au sein de l'éprouvette.

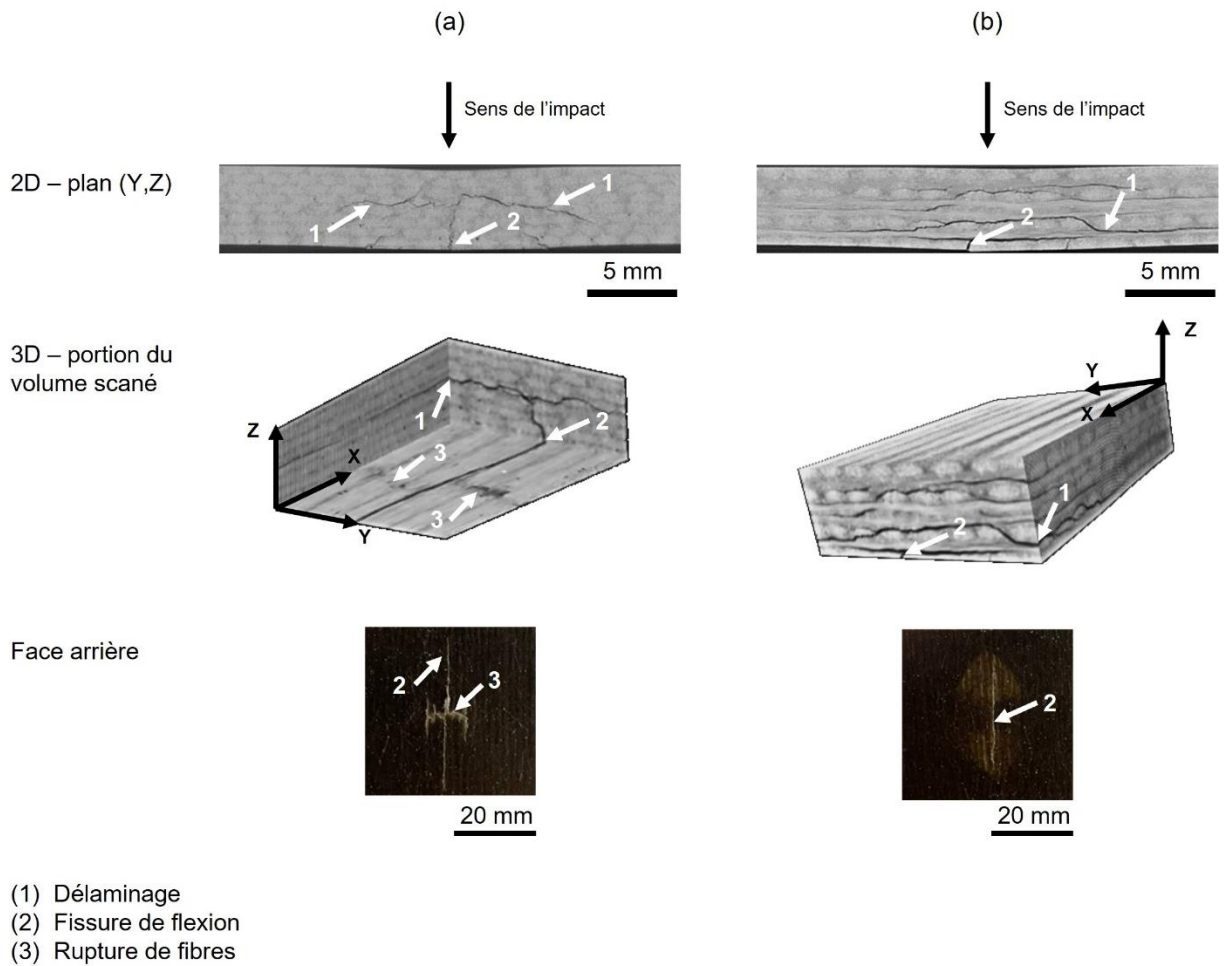


Figure 3.13 – Vues 2D et 3D des endommagements détectés après impact à 5J des éprouvettes de lin/époxy (a) LUM0S et (b) LUM090S.

Sur la Figure 3.13b, pour les stratifiés à plis croisés, on observe que le délaminage est significatif dans les deux plans d'observation (voir aussi la Figure 3.12). En comparant les Figures 3.11(a) et 3.12(a) pour le plan Y-Z, on constate qu'il y a moins de fissures matricielles dans le stratifié LUM090 que dans le LUM0. C'est plutôt le délaminage qui s'est développé à l'interface entre les plis 0° et 90° , là où les discontinuités de contraintes se situent dans les stratifiés à plis croisés. L'initiation du délaminage dans ce cas est également observée par la chute brusque de la force juste après le seuil d'endommagement, phénomène observé au début de la zone endommagée dans les courbes force-temps et force-déplacement des stratifiés à plis croisés des Figures 3.1 et 3.4. Les différents mécanismes d'endommagement observés pour les stratifiés UD et croisés sont également conformes à ceux observés par Lebaupin et al. [Lebaupin et al. 2019] dans des composites lin/PA11. Enfin, la Figure 3.12b montre que l'endommagement des stratifiés à plis

croisés présente également une forme globalement conique avec du délaminage et des fissures transversales. Ces différents mécanismes d'endommagement contribuent à dissiper davantage l'énergie dans ces éprouvettes de lin/époxy [Monti et al. 2017; Panciroli and Giannini 2021].

De cette analyse par microtomographie, il est constaté qu'avec une énergie d'impact de 5J un endommagement important est déjà induit à l'intérieur des stratifiés lin/époxy. Cela n'est pas perceptible lorsqu'on examine seulement la face frontale d'une éprouvette lin/époxy impactée à 5 J (Figure 3.9a), laquelle ne manifeste pas de signes d'endommagements sévères. Ainsi et notamment dans ce cas, une simple inspection visuelle ne permet pas d'avoir les informations requises sur la l'état réel du matériau impacté. On observe que pour les LUM0S et LUM090S impactées à 5 J, les quelques endommagements visibles sur la face frontale ne sont pas représentatifs de l'ensemble des endommagements observés par microtomographie (Figures 11 et 12).

Dans la suite de cette étude, pour les tests post-impact, c'est l'énergie de 5J qui sera retenue car elle entraîne la création d'endommagements notables au sein des échantillons, sans être trop destructrice. En ce qui concerne la fibrillation, les résultats obtenus montrent que cette méthode n'apporte pas les bénéfices initialement escomptés pour le comportement à l'impact. Dans la suite de ce travail, seuls les stratifiés lin/époxy non fibrillés seront donc étudiés et comparés aux verre/époxy.

3.2 Réponse en traction quasi-statique

L'étude du comportement en traction quasi-statique est abordée dans cette section en considérant les stratifiés lin/époxy à couche mat constituée de fibres courtes non-fibrillées (couche standard) et les stratifiés verre/époxy. Les grandeurs mécaniques identifiées seront ensuite utilisées pour le modèle numérique de l'impact dans la section 3.3. Cette étude a été effectuée au sein du Pôle Mécanique des Structures Composites et Environnement (MSCE) à l'ESTACA en utilisant la machine servo-hydraulique Instron 8801 comme décrit au Chapitre 2.

3.2.1 Courbes contrainte-déformation

3.2.1.1 Empilement [0]8

Les courbes de traction des stratifiés unidirectionnels LUM0S et VUD0 sont présentées dans la Figure 3.14. On constate que la forme de la courbe de traction du VUD0 est quasi-linéaire jusqu'à

rupture. Cependant celle du lin/époxy LUM0S montre le comportement bilinéaire bien connu pour ce type de matériau et se divise en trois parties [Hagui et al. 2019] :

1. Une première partie linéaire à très faibles déformations ($0 < \varepsilon < 0,1\%$). Le module de Young longitudinal (E_l) est déterminé avec la pente de cette droite.
2. Une partie non-linéaire, pour $0,1\% < \varepsilon < 0,3\%$, correspondant à la transition du comportement bilinéaire, et située à l'intersection des deux droites (communément appelé le genou de la courbe).
3. Une troisième partie, linéaire et débutant à environ $\varepsilon = 0,3\%$.

Les valeurs du module longitudinal E_l , de la contrainte à rupture (σ_R) et de la déformation à rupture (ε_R) obtenues pour chaque matériau sont présentées dans le Tableau 3.2.

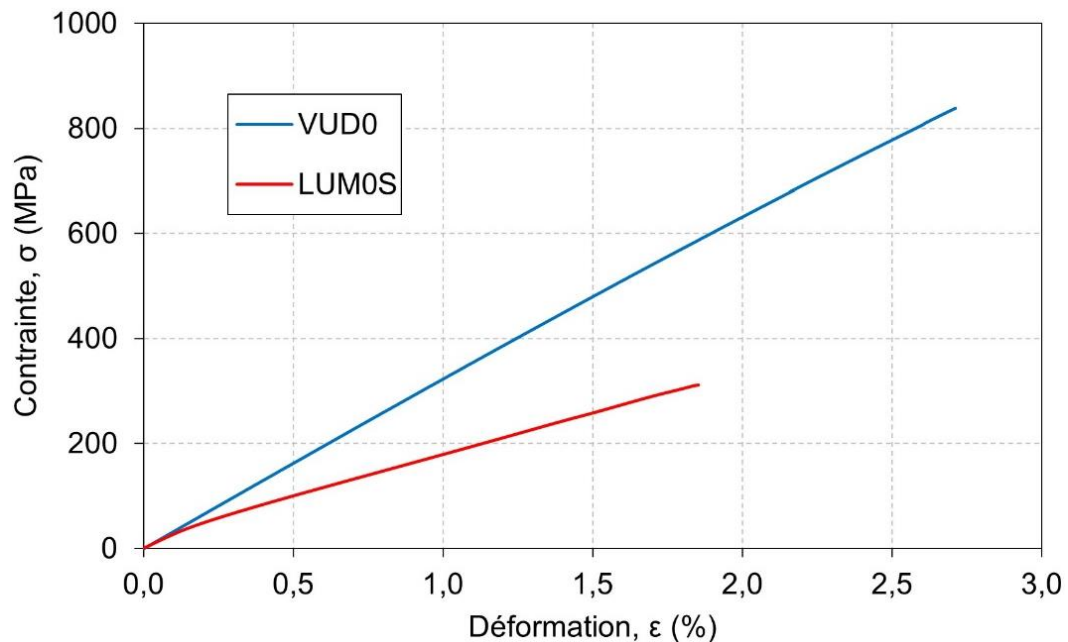


Figure 3.14 – Courbes de traction quasi-statique pour des éprouvettes unidirectionnelles à 0° LUM0S (en rouge) et VUD0 (en bleu)

Tableau 3.2 – Propriétés en traction des composites $[0]_8$ en lin /époxy LUM0S et en verre/époxy VUD0.

	E_l (GPa)	σ_R (MPa)	ε_R (%)
LUM0S	$26,1 \pm 0,4$	311 ± 13	$1,90 \pm 0,13$
VUD0	$32,0 \pm 0,4$	838 ± 45	$2,85 \pm 0,19$

Les modules obtenus ont été comparés avec ceux prédits par la loi des mélanges (Eq. 3.1). La porosité étant négligeable dans nos composites, comme observé précédemment, elle n'est pas prise en compte dans cette équation.

$$E_l = E_{l,f} V_f + E_m(1 - V_f) \quad (\text{Eq. 3.1})$$

Ici, $E_{l,f}$ est le module élastique longitudinal des fibres (égal à 59 GPa pour les fibres de lin [Baley et al. 2006] et 72 GPa pour les fibres de verre [Rahman 2021]), E_m le module élastique de la matrice (égal à 1,87 GPa comme rapporté par le fournisseur [Sika 2019]) et V_f le pourcentage volumique de fibres présenté au Tableau 2.3 du Chapitre 2.

Les valeurs expérimentales et calculées sont comparées dans le Tableau 3.3. On constate que la loi des mélanges prédit de manière satisfaisante les modules élastiques du LUM0S et du VUD0 obtenus expérimentalement.

Tableau 3.3 – Comparaison entre le module élastique longitudinal E_l issu de la loi des mélanges et celui déterminé expérimentalement pour le LUM0S et le VUD0.

	E_l expérimental (GPa)	E_l théorique (GPa)	Ecart relatif (%)
LUM0S	26,1	24,2	7%
VUD0	32,0	29,7	7%

3.2.1.2 Empilement [90]₈

Afin de mesurer le module transverse (E_t) des composites, certaines éprouvettes ont été découpées perpendiculairement à la direction des fibres. Des essais de traction ont ensuite été réalisés sur les échantillons [90]₈ ainsi obtenus et notés LUM90S pour le lin/époxy standard et VUD90 pour le verre/époxy. Les courbes de traction sont présentées sur la Figure 3.15.

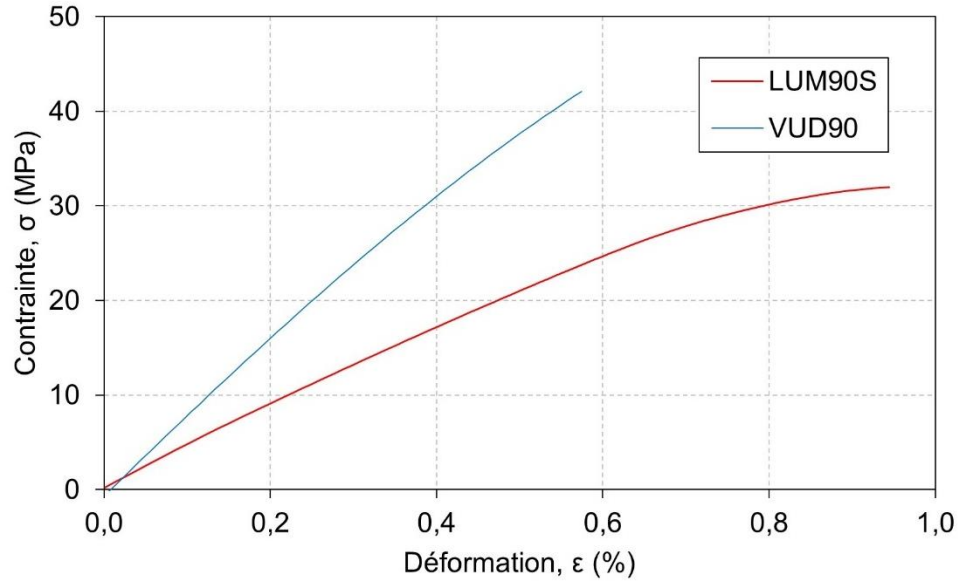


Figure 3.15 – Courbes de traction quasi-statique pour des éprouvettes unidirectionnelles à 90° : LUM90S (en rouge) et VUD90 (en bleu).

Comme attendu, les courbes de la Figure 3.15 montrent de très faibles contraintes et déformations à la rupture et avec des modules d'élasticité beaucoup moins élevés que ceux des stratifiés orientés à 0°. En effet, les fibres orientées dans le sens transverse n'agissent pas efficacement comme renforts dans le composite. On notera que le comportement en traction du LUM90S est plus ductile que celui du VUD90. Cette différence peut être expliquée par le fait que même si le VUD90 est sollicité selon la direction transverse aux fibres de verre, étant donné le caractère isotrope de celles-ci, le comportement global du composite ressemble à celui obtenu dans le sens longitudinal d'un composite UD de verre/époxy.

Les propriétés mécaniques obtenues pour les deux matériaux sont présentées dans le Tableau 3.4.

Tableau 3.4 – Propriétés en traction des composites $[90]_8$ en lin/époxy (LUM90S) et en verre/époxy (VUD90).

	E_t (GPa)	σ_R (MPa)	ϵ_R (%)
LUM90S	$4,75 \pm 0,1$	32 ± 1	$0,95 \pm 0,04$
VUD90	$7,7 \pm 0,4$	42 ± 1	$0,57 \pm 0,05$

La loi des mélanges a également été appliquée pour calculer le module transverse E_t des deux composites étudiés (Eq. 3.2) ;

$$E_t = \frac{E_m E_{t,f}}{(1 - V_f) E_{t,f} + V_f E_m} \quad (\text{Eq. 3.2})$$

où $E_{t,f}$ est le module élastique transverse des fibres (égal à 8 GPa pour les fibres de lin [Baley et al. 2006] et 72 GPa pour les fibres de verre à caractère isotrope). Les valeurs obtenues sont comparées aux mesures expérimentales dans le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 – Comparaison entre le module élastique transverse E_t issu de la loi des mélanges et celui déterminé expérimentalement pour le LUM90S et le VUD90.

	E_t expérimental (GPa)	E_t théorique (GPa)	Ecart relatif (%)
LUM90S	4,75	2,7	43%
VUD90	7,7	3,1	60%

On observe dans le Tableau 3.4 le fait que, si la loi des mélanges donne des résultats corrects pour le module longitudinal, elle sous-estime fortement le module transverse (de 43% pour le lin/époxy et de 60% pour le verre/époxy).

3.2.1.3 Empilement [0/90]_{2S}

Les courbes de traction des stratifiés croisés sont présentées sur la Figure 3.16 pour les deux matériaux considérés, et les propriétés mécaniques associées sont montrées au Tableau 3.6.

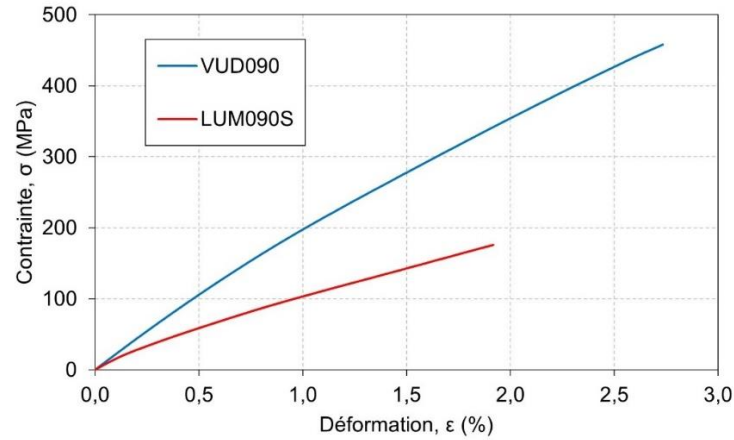


Figure 3.16 – Courbes de traction quasi-statique pour des éprouvettes croisées [0/90]_{2S} : LUM090S (en rouge) et VUD090 (en bleu).

Tableau 3.6 – Propriétés en traction des composites [0/90]_{2S} en lin /époxy LUM090S et en verre/époxy VUD090.

	$E_{0/90}$ (GPa)	σ_R (MPa)	ε_R (%)
LUM090S	15,1 ± 0,4	172 ± 3	1,85 ± 0,09
VUD090	21,7 ± 1,2	438 ± 39	2,71 ± 0,03

Les résultats montrent, comme attendu, des comportements pour les stratifiés croisés [0/90]_{2S} intermédiaires entre ceux des [0]₈ et ceux des [90]₈, avec toujours des propriétés plus élevées pour le verre/époxy (Figure 3.16 et Tableau 3.6). Pour ce type de stratifié, un calcul simple de type loi des mélanges peut également être appliqué pour déterminer le module d'élasticité $E_{0/90}$ (Eq. 3.3) [Gay 2005]:

$$E_{0/90} = kE_l + (1 - k)E_t \quad (\text{Eq. 3.3})$$

avec k la proportion de plis à 0°, donc k=0,5 ici. Les résultats obtenus en utilisant les valeurs de E_l et E_t déterminées expérimentalement (Tableaux 3.2 et 3.4) sont rassemblés dans le Tableau 3.7. On constate, pour le lin/époxy et le verre/époxy, les valeurs calculées du module d'élasticité des

stratifiés croisés $[0/90]_{2S}$ sont très proches des valeurs expérimentales (écart type inférieur à 10%). Cela montre que ce calcul simple peut s'appliquer même pour un composite à renfort UD-mat, le mat intervenant très peu dans les propriétés mécaniques mesurées ici.

Tableau 3.7 – Comparaison entre le module d'élasticité $E_{0/90}$ issu de la loi des mélanges et celui déterminé expérimentalement pour le LUM090S et le VUD090.

	$E_{0/90}$ expérimental (GPa)	$E_{0/90}$ théorique (GPa)	Ecart relatif (%)
LUM090S	15,1	15,5	3%
VUD090	21,7	19,9	8%

3.2.2 Comparaison des propriétés spécifiques

Tel que constaté à la section 3.2.1 précédente, pour un même V_f et un même type d'empilement, les stratifiés verre/époxy offrent des propriétés en traction supérieures à celles des stratifiés lin/époxy étant données les propriétés plus élevées des fibres de verre. Toutefois, en divisant les propriétés obtenues par la densité du matériau (pour obtenir les propriétés spécifiques), la différence entre les deux types de matériau est réduite (Figure 3.17).

La Figure 3.17 montre que, pour chaque type de stratifiés, les composites lin/époxy de cette étude se comparent avantageusement à ceux de verre/époxy en termes de rigidité spécifique, mais la résistance spécifique demeure nettement plus élevée pour les composites verre/époxy. Les valeurs obtenues sont comme suit :

- Pour les $[0]_8$: la rigidité spécifique du LUM0S est 7% plus élevée que celle du VUD0. Cependant, la résistance spécifique du VUD0 est deux fois plus élevée que celle du LUM0S,
- Pour les $[0/90]_{2S}$: la rigidité spécifique du VUD090 est seulement 6% plus élevée que celle du LUM090S mais la résistance spécifique est 88% plus élevée en faveur du verre/époxy,
- Enfin pour les $[90]_8$: la rigidité spécifique du VUD90 est 18% plus élevée que celle du LUM90S mais les résistances spécifiques des deux stratifiés sont presque égales. Ce résultat

peut s'expliquer par le fait que la contrainte à la rupture de ces stratifiés transverses est en grande partie pilotée par la matrice, qui est la même dans les deux composites.

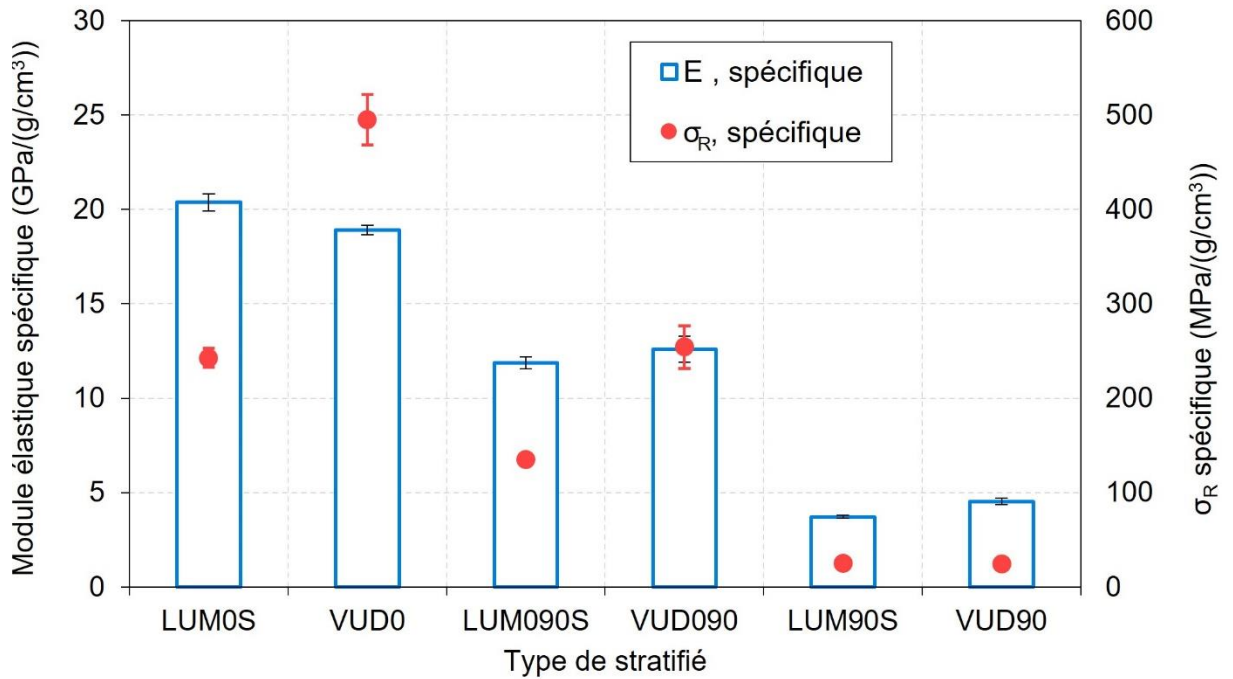


Figure 3.17 – Propriétés mécaniques spécifiques en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy en considérant les types d'empilement : $[0]_8$, $[0/90]_{2s}$ et $[90]_8$.

3.2.3 Modes de rupture

Les éprouvettes testées en traction ont pour la plupart montré une rupture dans la zone utile pour le composite lin/époxy (Figure 3.18a) tandis que celle du verre/époxy se situait en sortie des mors (Figure 3.18b). Le LUM0S montre une rupture fragile qui traverse l'éprouvette sur sa largeur, avec la rupture des fibres et des fissures matricielles entourant la zone fracturée. Pour les LUM090S, une rupture préférentielle à 90° par rapport à la direction de sollicitation est détectée, avec une rupture des fibres des plis à 0° et des fissures matricielles plus fines que celles du LUM0S. Dans le cas du LUM90S, la rupture est aussi perpendiculaire à la direction de sollicitation avec des fissures matricielles détectables sur la surface extérieure de l'éprouvette rompue.

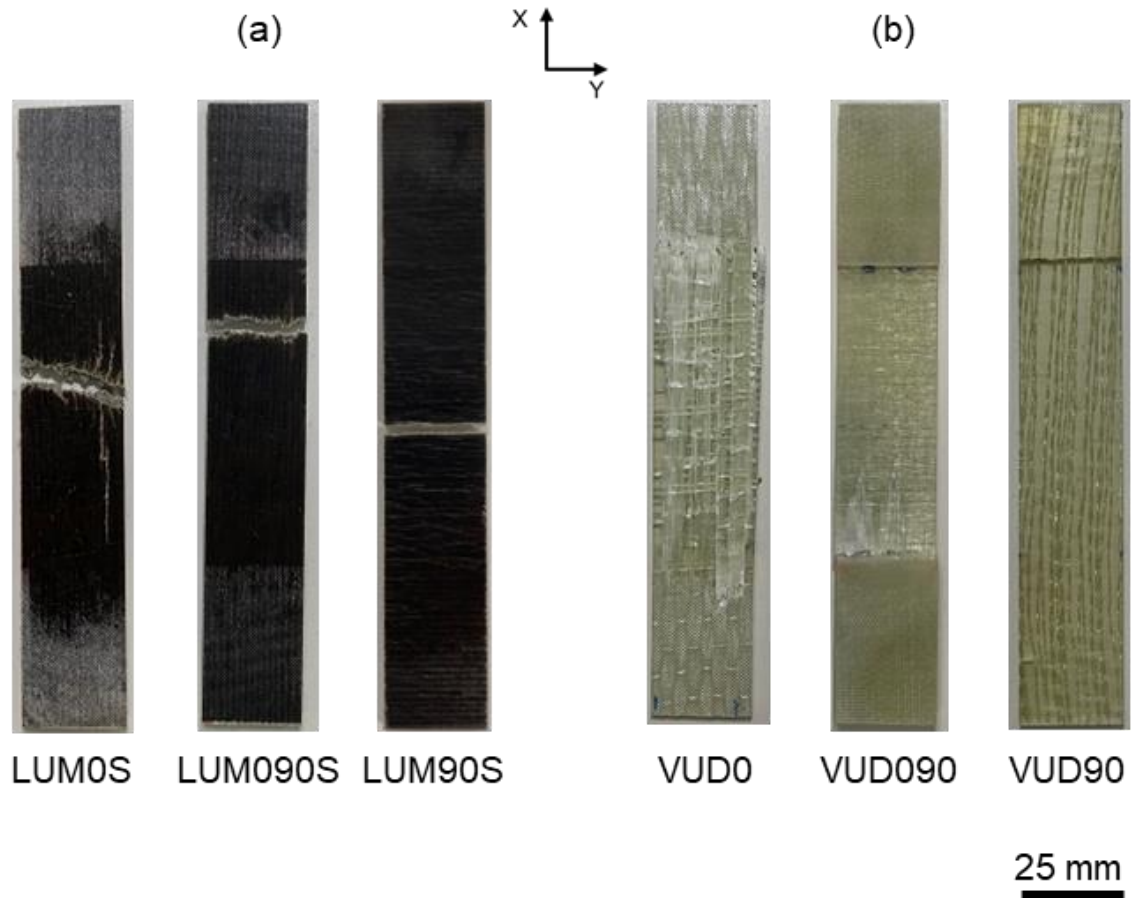


Figure 3.18 – Éprouvettes rompues en traction quasi-statique pour les stratifiés de (a) lin/époxy et (b) verre/époxy.

Le VUD0 montre une rupture en écharde qui traverse l'éprouvette sur sa longueur (fissures longitudinales tout au long de l'éprouvette) et des ruptures de fibres. Le VUD090 présentent une rupture dans un plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation avec un front de rupture entouré par des zones blanchâtres dues aux décohésions fibre-matrice. Finalement, la rupture du VUD90 est aussi perpendiculaire à la direction de chargement sans aucun endommagement perceptible à l'œil à l'interface fibre-matrice.

3.3 Modèle numérique d'un impact sur lin/époxy

La modélisation numérique d'un impact à basse vitesse sur des composites renforcés par des fibres de lin est un sujet de recherche en croissance. Parmi les auteurs qui se sont intéressés à ce sujet, on peut citer d'une manière non-exhaustive [Hadj Djilani et al. 2023; Leroy 2022; Panciroli and Giannini 2021], qui ont développé des modèles par éléments finis sur des logiciels comme Abaqus et LS-DYNA permettant de prédire d'une manière précise le comportement mécanique et les phénomènes d'endommagements résultants. Dans cette thèse, un modèle simplifié a été développé afin de simuler à l'échelle macroscopique le comportement du stratifié LUM0S pour un impact à basse vitesse de 5 J. Bien que cette approche soit très simplifiée, elle constitue une première tentative pour développer un modèle numérique par éléments finis prédisant le comportement à l'impact des biocomposites étudiés.

3.3.1 Description du modèle

Le modèle simplifié de l'essai d'impact, réalisé par éléments finis, a été développé sur ABAQUS/Explicit. Ainsi, le comportement du stratifié LUM0S pour un impact à basse vitesse de 5 J (Figure 3.19a) a été simulé. L'impacteur hémisphérique d'un diamètre de 20 mm a été maillé à l'aide d'éléments rigide indéformables. La plaque composite fait 150 mm de long par 90 mm de large (Figure 3.19b) et 4,16 mm d'épaisseur. Elle a été divisée en 8 plis ayant chacun une épaisseur de 0,52 mm avec une séquence d'empilement $[0]_8$.

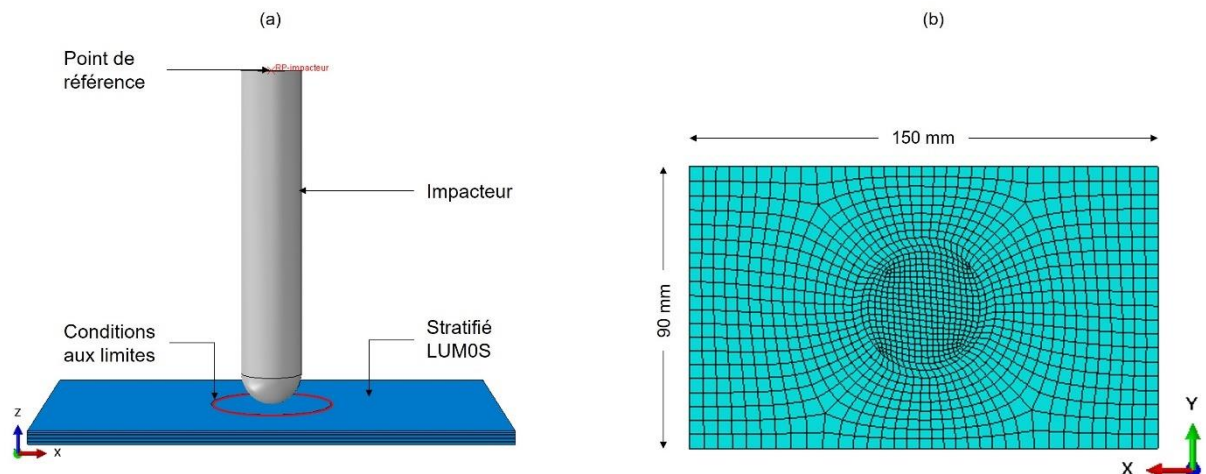


Figure 3.19 – (a) Représentation du modèle numérique et (b) maillage de la plaque.

Les plis de composites sont discrétisés par des éléments coques continues SC8R «continuum shell» à 8 nœuds (Figure 3.20) et à intégration réduite. Ces éléments ont une géométrie

tridimensionnelle hexaédrique permettant de prendre en compte les contraintes de cisaillement transversales dans l'épaisseur du stratifié mais leur comportement demeure celui d'un élément coque. Ils sont adaptés aux simulations d'impact et une intégration de type Simpson à 3 points d'intégration pour obtenir un bon compromis entre résultats et temps de calcul.

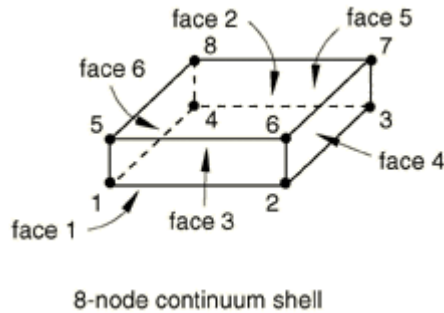


Figure 3.20 – Représentation d'un élément coque continue SC8R.

Le mouvement de l'impacteur est piloté par un point de référence à partir duquel les conditions aux limites de l'élément rigide ont été définies (blocage des translations U_1 (suivant X) et U_2 (suivant Y) et des trois rotations UR_1 , UR_2 , et UR_3 avec seulement la translation suivant Z permise).

Tableau 3.8 – Conditions et paramètres considérés pour le modèle numérique.

Vitesse d'impact	1,342 m/s
Masse de l'impacteur	5,55 kg
Energie	5 J
Durée de la simulation	7 ms
Temps de calcul	1 heure 34 minutes
Type d'éléments	SC8R
Non linéaire géométrique	<i>Activée</i>
Conditions aux limites – plaque impactée	Encastrement
Conditions aux limites – impacteur	Translation selon la direction Z permise
Contact tangentiel	Pénalité avec frottement

Un encastrement circulaire d'un rayon de 40 mm, correspondant au système d'ancrage de la plaque, a été appliqué sur deux cercles des surfaces extérieures de la plaque. Une vitesse initiale déterminée à partir de l'énergie d'impact a été attribuée à l'impacteur. Les différentes conditions et paramètres pris en considération sont présentés dans le Tableau 3.8.

De plus, les interactions ont été définies pour les contacts entre l'impacteur et la plaque composite et entre les différents plis de la plaque. Pour cela, un contact général explicite a été utilisé avec un comportement tangentiel de type "penalty" ayant un coefficient de frottement de 0,3. Le maillage a été raffiné autour de la zone d'impact pour une meilleure précision comme le montre la Figure 3.19b où la taille des éléments est de 2 mm au centre et de 4 mm pour le reste de la plaque. Le composite lin/époxy a été modélisé par un matériau orthotrope. Les propriétés du composite entrées dans le modèle sont résumées dans le Tableau 3.9. Les modules d'élasticité et résistances en traction ont été identifiés à partir des essais expérimentaux détaillés à la section 3.2. Le module de cisaillement G_{12} et le coefficient Poisson ν_{12} , marquées par des astérisques, proviennent de l'étude réalisée par Saadati et al. [Saadati et al. 2020] pour un composite similaire à celui étudié. L'initiation et la propagation des endommagements sont basées sur le critère de Hashin disponible dans Abaqus. À l'aide des résultats de Saadati et al. [Saadati et al. 2020], les critères d'initiation de l'endommagement sont complétés et chacun est marqué par un astérisque et un « i ». Pour les critères de propagation de l'endommagement, les valeurs utilisées par Heimbs et al. [Heimbs et al. 2014] dans un modèle numérique simulant un impact à haute vitesse sur un stratifié quasi-isotrope de carbone/époxy sont reprises et marquées par un astérisque et un « p ».

Tableau 3.9 – Propriétés mécaniques et densité du composite lin/époxy UD utilisées dans le modèle numérique.

Densité	1 280 kg/m ³
Module élastique dans la direction longitudinale	$E_1 = 26,1$ GPa
Module élastique dans la direction transverse	$E_2 = 4,75$ GPa
Module de cisaillement dans le plan du pli*	$G_{12} = 1,92$ GPa
Modules de cisaillement hors plan*	$G_{13} = G_{23} = 1,95$ GPa
Coefficient de Poisson*	$\nu_{12} = 0,373$
Contrainte de rupture en traction, direction longitudinale	$X_T = 311$ MPa
Contrainte de rupture en compression, direction longitudinale* ⁱ	$X_C = 126,05$ MPa
Contrainte de rupture en traction, direction transverse	$Y_T = 26$ MPa
Contrainte de rupture en compression, direction transverse* ⁱ	$Y_C = 72,02$ MPa
Contrainte de rupture en cisaillement, direction longitudinale* ⁱ	$S_L = 44,67$ MPa
Contrainte de rupture en cisaillement, direction transverse* ⁱ	$S_T = 25,08$ MPa
Energie de rupture en traction, direction longitudinale* ^p	$G_{ft} = 150$ kJ/m ²
Energie de rupture en traction, direction transverse* ^p	$G_{mt} = 2$ kJ/m ²
Energie de rupture en compression, direction longitudinale* ^p	$G_{fc} = 75$ kJ/m ²
Energie de rupture en compression, direction transverse* ^p	$G_{mc} = 25$ kJ/m ²

3.3.2 Résultats

Evolution des grandeurs mécaniques dans le temps

Les courbes force-temps et déplacement-temps numériques et expérimentales du stratifié LUM0S impacté à 5 J sont présentées sur la Figure 3.21. On retrouve bien la tendance des courbes avec les phases de charge et de décharge de la plaque pendant l'impact. Cependant, la force maximale calculée numériquement est 33% plus élevée que celle obtenue expérimentalement (Figure 3.21(a)). Quant au déplacement maximal, il est d'environ 2,37 mm pour le modèle numérique contre 2.52 ± 0.07 mm comme valeur moyenne déterminée expérimentalement. Comme attendu, la valeur du déplacement permanent est presque nulle puisque les déformations plastiques ne sont pas prises en compte dans le modèle.

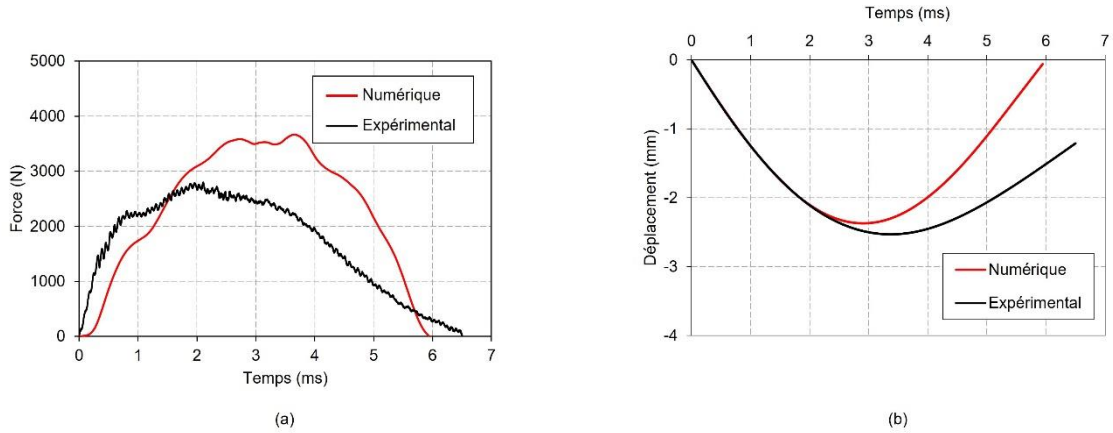


Figure 3.21 – Comparaison des courbes d’impact obtenues numériquement et expérimentalement pour du LUM0S impacté à 5 J : (a) force-temps et (b) déplacement-temps.

La Figure 3.22 montre l’évolution de l’énergie cinétique en fonction du temps. Le résultat numérique est en parfait accord avec celui obtenu expérimentalement jusqu’à 3 ms. L’énergie cinétique calculée numériquement est cependant largement supérieure à la valeur expérimentale dans la phase de retour. Cette différence s’explique par la dissipation d’énergie induite par les déformations plastiques et les endommagements lors des essais expérimentaux, lesquels ne sont pas pris en compte dans le modèle Abaqus.

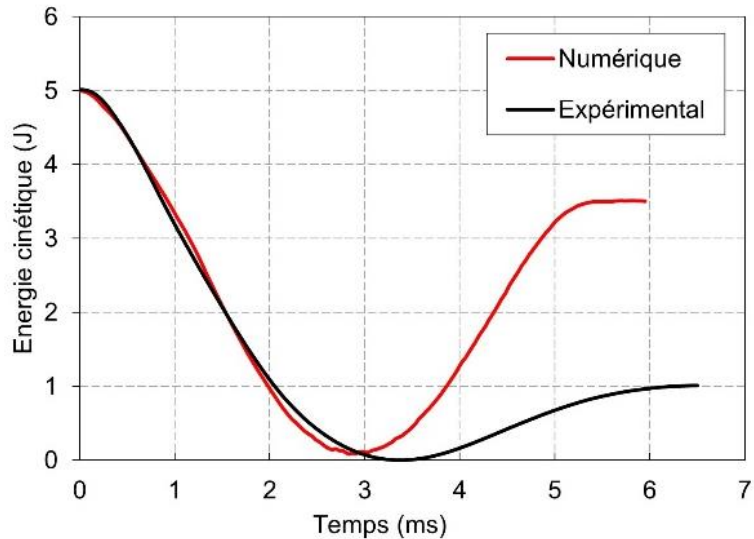


Figure 3.22 – Comparaison de l’évolution de l’énergie cinétique de l’impacteur avec le temps.

Les hypothèses simplificatrices faites pour ce modèle numérique ne permettent donc pas de reproduire exactement le comportement observé expérimentalement, cependant le modèle peut permettre d'obtenir des tendances concernant le développement des champs de contraintes et d'endommagements dans le matériau.

Cartographies des contraintes et des endommagements

Les champs de contrainte modélisés sont présentés dans la Figure 3.23 pour le stratifié LUMOS impacté à 5 J. Les valeurs des contraintes longitudinales, dans la direction des fibres : S_{11} , et les valeurs des contraintes transverses, perpendiculaires aux fibres : S_{22} , sont représentées dans la zone d'impact sur la face impactée et sur la face arrière de l'éprouvette.

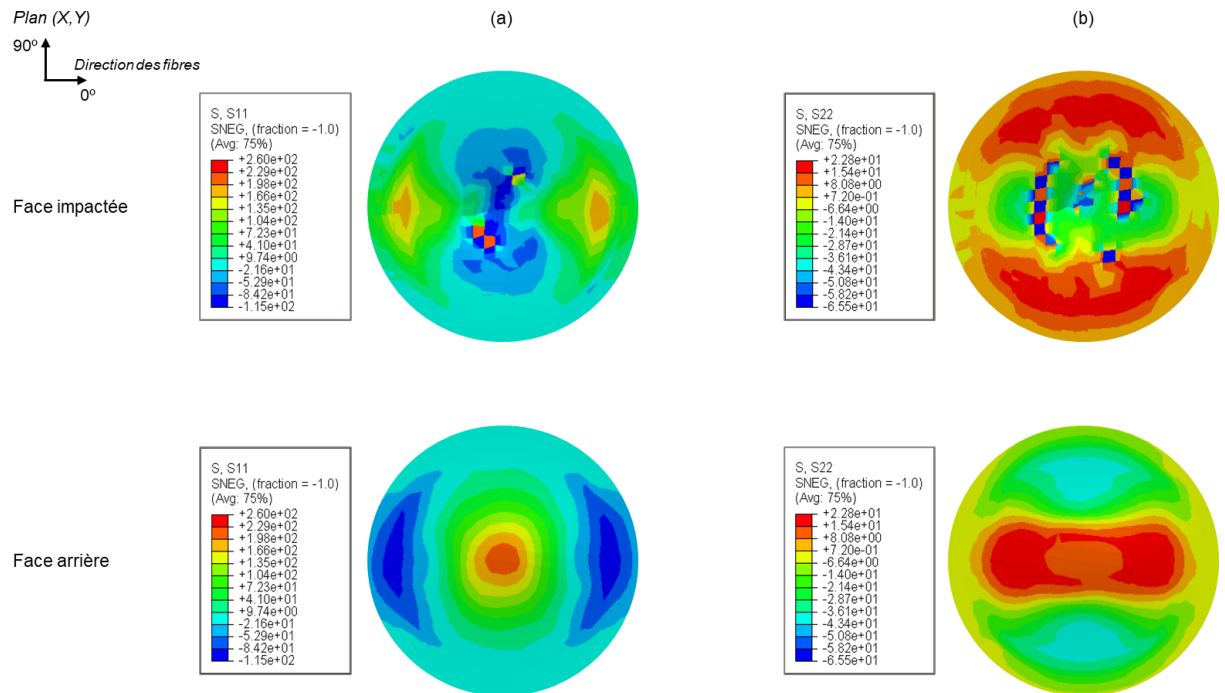


Figure 3.23 – Champs de contrainte modélisés par éléments finis pour du LUMOS impacté à 5 J, pour $t = 3\text{ms}$: (a) contraintes dans la direction des fibres (S_{11}), (b) contraintes dans la direction transverse aux fibres (S_{22}).

On voit sur la Figure 3.23 que sur la face impactée, la compression domine au centre de la zone observée selon les directions longitudinale et transverse. Cependant, sur la face arrière, la tension domine dans les deux directions. Ces résultats sont bien en accord avec le phénomène de flexion observé expérimentalement.

La Figure 3.24 présente les valeurs du critère de Hashin pour les endommagements matriciels et de cisaillement obtenus avec le modèle numérique dans la section centrale de l'éprouvette.

On retrouve la forme conique des endommagements créés par l'impact dans le plan (Y-Z), telle que révélée par la microtomographie sur la Figure 3.11. Bien que la rupture des fibres ne soit pas prédite par le modèle, le critère de Hashin prédit effectivement des endommagements en face arrière à l'emplacement correspondant aux observations expérimentales.

Plan (Y,Z)
Perpendiculaire à la direction
longitudinale des fibres

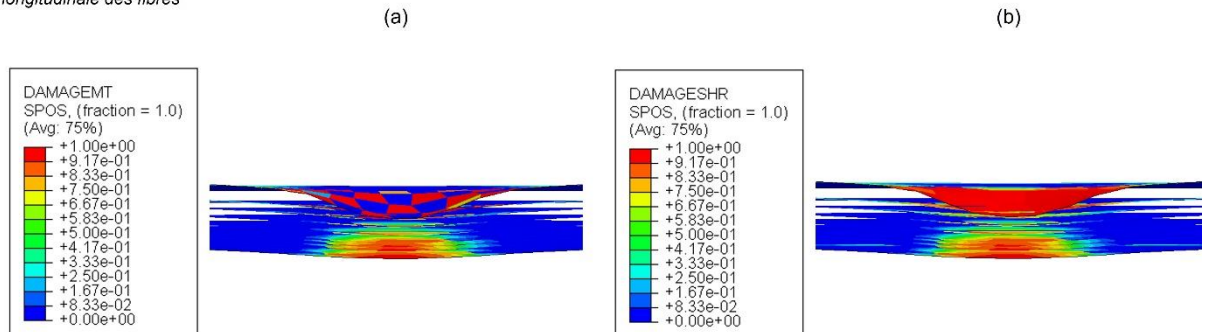


Figure 3.24 – Endommagements prédits par le critère de Hashin dans le modèle numérique pour le LUM0S impacté à 5J, au temps $t = 3$ ms. (a) endommagement matriciel, (b) endommagement de cisaillement.

Bilan du Chapitre III

Dans ce chapitre, le comportement à un impact basse vitesse des composites lin/époxy fibrillés ou non et verre/époxy a été étudié pour deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$. Des tests à quatre niveaux d'énergie différents ont été réalisés : 3J, 5J, 8J et 11J. La reproductibilité d'une éprouvette à l'autre a tout d'abord été vérifiée, puis les courbes force-temps et force-déplacement ont été analysées. Les résultats ont montré que, plus le niveau d'énergie appliqué augmente, plus l'écart se creuse entre le lin/époxy et le verre/époxy, qui possède des forces maximales atteintes supérieures et des déplacements résiduels inférieurs à ceux du lin/époxy, quel que soit la séquence d'empilement. De plus, contrairement à ce qui était espéré, la fibrillation des fibres de lin utilisées dans le mat du renfort ne semble pas améliorer les propriétés à l'impact des composites lin/époxy. Ce type de matériau ne sera donc pas étudié dans la suite de ce travail. La comparaison des énergies absorbées lors des impacts révèle la plus grande capacité d'absorption des lin/époxy par rapport aux verre/époxy. Les résultats obtenus montrent également que le taux d'énergie absorbée par les composites unidirectionnels $[0]_8$ est plus faible que celui des stratifiés à plis croisés $[0/90]_{2S}$ pour de faibles niveaux d'énergie d'impact appliqués (3 et 5J) mais que cette tendance est inversée pour des niveaux plus élevés (8 et 11J). Ce phénomène s'explique par les endommagements observés sur les différents échantillons.

L'observation des faces arrière a montré le développement d'un endommagement de forme globalement elliptique pour les lin/époxy unidirectionnels, avec la multiplication des fissures longitudinales et transverses lorsque le niveau d'énergie d'impact augmente. Quant aux stratifiés de lin/époxy croisés, ils présentent un endommagement dominé par le délaminage, avec une forme globale de papillon. L'analyse microtomographique a permis de localiser dans l'épaisseur les différents endommagements observés. La distribution conique des endommagements a été mise en évidence, et les délaminages ont été détectés principalement entre les plis situés en face arrière des échantillons.

Le comportement en traction quasi-statique a ensuite été étudié afin d'alimenter le modèle numérique d'impact. Les lois des mélanges ont été appliquées et ont démontré leur efficacité, hormis dans le cas du module transverse. Un modèle simplifié d'impact sur le lin/époxy unidirectionnel a finalement été développé par éléments finis. Les hypothèses fortes faites pour cette modélisation ne permettent pas de retrouver les valeurs expérimentales ; toutefois, l'allure des endommagements prédits est bien similaire aux observations effectuées.

Chapitre IV

Etude du comportement en fatigue avant impact

Dans ce chapitre, la caractérisation du comportement en fatigue (traction-traction) est présentée pour l'ensemble des stratifiés étudiés : lin/époxy (standard) et verre/époxy. Les courbes S-N obtenues sont tout d'abord comparées entre elles à l'aide du modèle linéaire (semi-logarithmique) de Wöhler. Un modèle phénoménologique est ensuite identifié afin de reproduire la durée de vie en fatigue de nos matériaux. Puis l'évolution de certaines propriétés mécaniques au cours des essais de fatigue est discutée. En s'appuyant sur la microscopie électronique à balayage, les faciès de rupture des éprouvettes de lin/époxy testées en fatigue sont analysées. Enfin, une étude des propriétés résiduelles en traction quasi-statique est réalisée sur les éprouvettes non rompues après 10^6 cycles de fatigue.

4.1 Choix des niveaux de contraintes

Le choix des contraintes maximales à appliquer lors des essais de fatigue a été réalisé en se basant sur les essais de traction présentés dans le chapitre précédent. Les essais de fatigue en traction-traction ont été effectués sur les stratifiés de lin/époxy à liant mat standard et sur les stratifiés verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$.

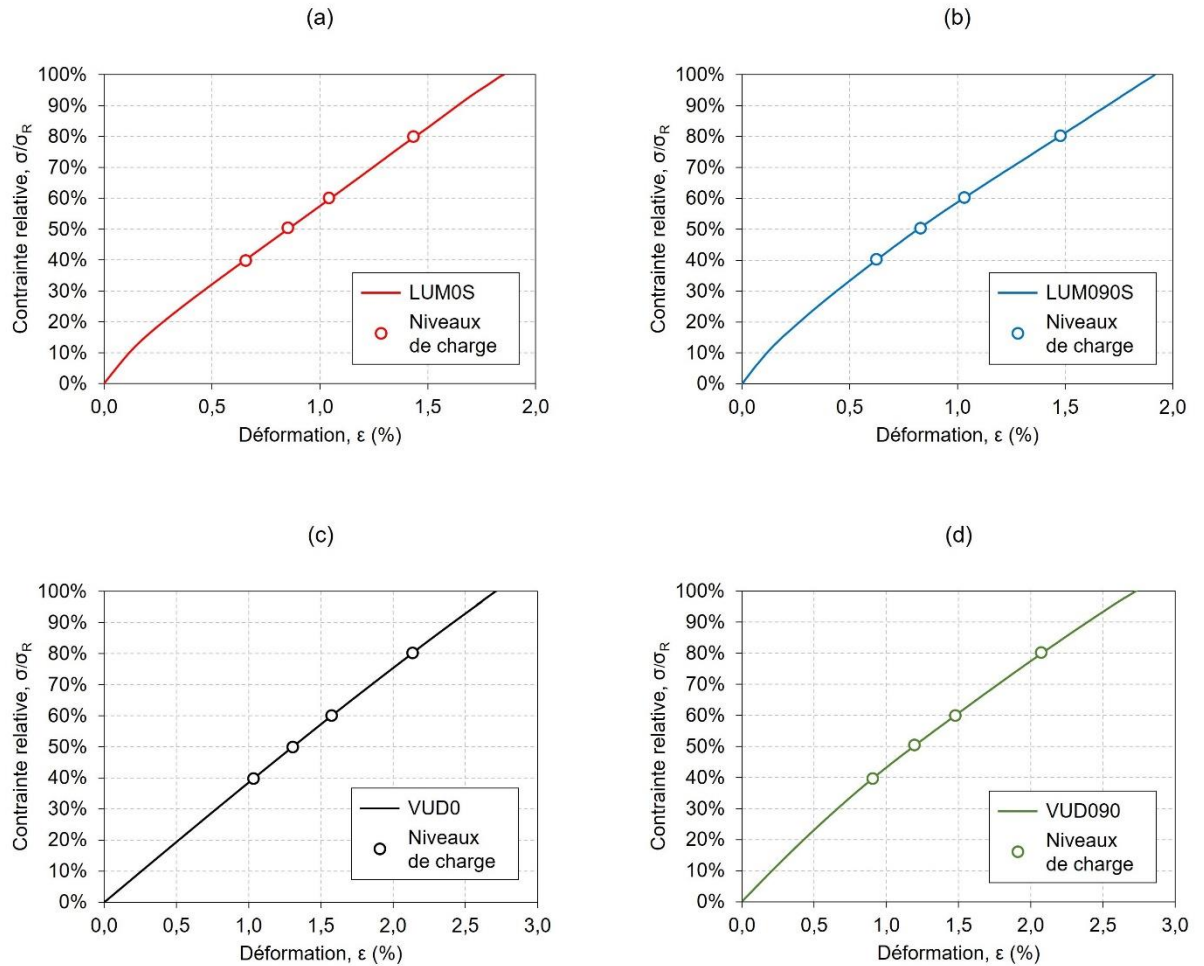


Figure 4.1 – Niveaux de contraintes maximales fixés pour les essais de fatigue, représentés sur les courbes $\sigma/\sigma_R - \epsilon$ en traction, pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

Afin de construire une courbe de Wöhler pour un matériau donné, il est indispensable d'avoir au moins trois niveaux de contrainte différents. De plus, il est intéressant de répartir ces niveaux de contrainte tout au long de la courbe de traction afin d'étudier la réponse du matériau face à

différentes sollicitations cycliques et ainsi d’avoir une meilleure compréhension de sa résistance et de ses limites. Comme montré dans la Figure 4.1, tous les matériaux de cette étude ont été testés en fatigue à des valeurs identiques de ratio de contrainte égales à : 40%, 50%, 60% et 80% de la contrainte à la rupture en traction quasi-statique σ_R correspondante. L’ensemble des valeurs de contrainte maximale appliquée est présenté dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 – Contraintes maximales appliquées au cours des essais de fatigue pour les différents matériaux.

σ_{max} (MPa)	LUM0S	LUM090S	VUD0	VUD090
40% σ_R (MPa)	124,4	68,8	335,2	175,2
50% σ_R (MPa)	155,5	86	419	219
60% σ_R (MPa)	186,6	103,2	502,8	262,8
80% σ_R (MPa)	248,8	137,6	670,4	350,4

4.2 Courbes de Wöhler

Dans cette partie, les courbes S-N expérimentales sont tracées pour chaque matériau étudié et comparées grâce au modèle de Wöhler, modèle linéaire semi-logarithmique présenté dans le Chapitre 1.

4.2.1 Nombre de cycles à la rupture

Le Tableau 4.2 présente, pour les quatre types d’éprouvettes étudiées, le nombre de cycles à la rupture moyen ainsi que l’écart-type obtenu pour chaque niveau de charge (σ_{max} / σ_R) appliqué au cours des essais de fatigue. Pour les résultats des essais à 40% de σ_R , la lettre ‘x’ signifie que certaines éprouvettes n’ont pas rompu à 10^6 cycles, ce qui signifie que la véritable valeur moyenne de N_f devrait être supérieure à celle présentée dans ce tableau.

Tableau 4.2 – Nombre moyen de cycles à rupture des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy testées en fatigue (traction-traction).

Matériau	σ_{max} / σ_R	N_f	Ecart-type
LUM0S	80%	3 885	1 386
	60%	80 054	31 015
	50%	439 069	233 934
	40%	904 131 + x	–
LUM090S	80%	1 862	611
	60%	70 860	16 030
	50%	648 029	303 389
	40%	1 000 000 + x	–
VUD0	80%	912	407
	60%	24 717	14 979
	50%	190 587	75 219
	40%	894 733 + x	–
VUD090	80%	683	528
	60%	19 674	4 366
	50%	204 088	100 869
	40%	694 401 + x	–

Dans le tableau 4.3 sont indiqués le nombre total d'éprouvettes testées en fatigue à 40% σ_R pour chaque matériau étudié et le nombre d'éprouvettes qui n'étaient pas rompues à 10^6 cycles.

On constate d’après le Tableau 4.3 que les éprouvettes les plus aptes à franchir le million de cycles sont les LUM090S et, dans une moindre mesure, les VUD0.

Tableau 4.3 – Nombre total d’éprouvettes lin/époxy et verre/époxy testées en fatigue à 40% σ_R et nombre de celles qui n’étaient pas rompues à 10⁶ cycles.

Nombre d’éprouvettes ($\sigma_{max} / \sigma_R = 40\%$)	LUM0S	LUM090S	VUD0	VUD090
Testées	3	3	3	3
Non rompues à 10 ⁶ cycles	1	3	2	1

4.2.2 Courbes S-N

Les courbes de Wöhler sont présentées sur la Figure 4.2. Dans chaque graphique, une échelle logarithmique est utilisée pour représenter, sur l’axe des abscisses, le nombre de cycles à rupture de chaque éprouvette. Sur l’axe des ordonnées, sont reportées les contraintes maximales appliquées lors des essais de fatigue. Des flèches ont été ajoutées sur les points correspondant aux éprouvettes qui n’ont pas rompu avant 10⁶ cycles.

Pour les quatre types de matériaux testés, les régressions linéaires des courbes S-N, correspondant au modèle de Wöhler, ont été déterminées à l’aide de l’équation :

$$\sigma_{max} = A + B \log(N_f) \quad (\text{Eq. 4.1})$$

avec A et B les paramètres à calculer pour chaque courbe S-N. Les régressions linéaires ont toutes été obtenues avec un $R^2 > 0,9$ et ont été tracées sur la Figure 4.2. Les valeurs de A et B déterminées pour chaque courbe S-N sont rapportées dans le Tableau 4.4, ainsi que la valeur correspondante de R^2 .

La Figure 4.2 montre logiquement, pour tous les matériaux, la même tendance globale avec l’augmentation du nombre de cycles à rupture lorsque la contrainte maximale appliquée diminue.

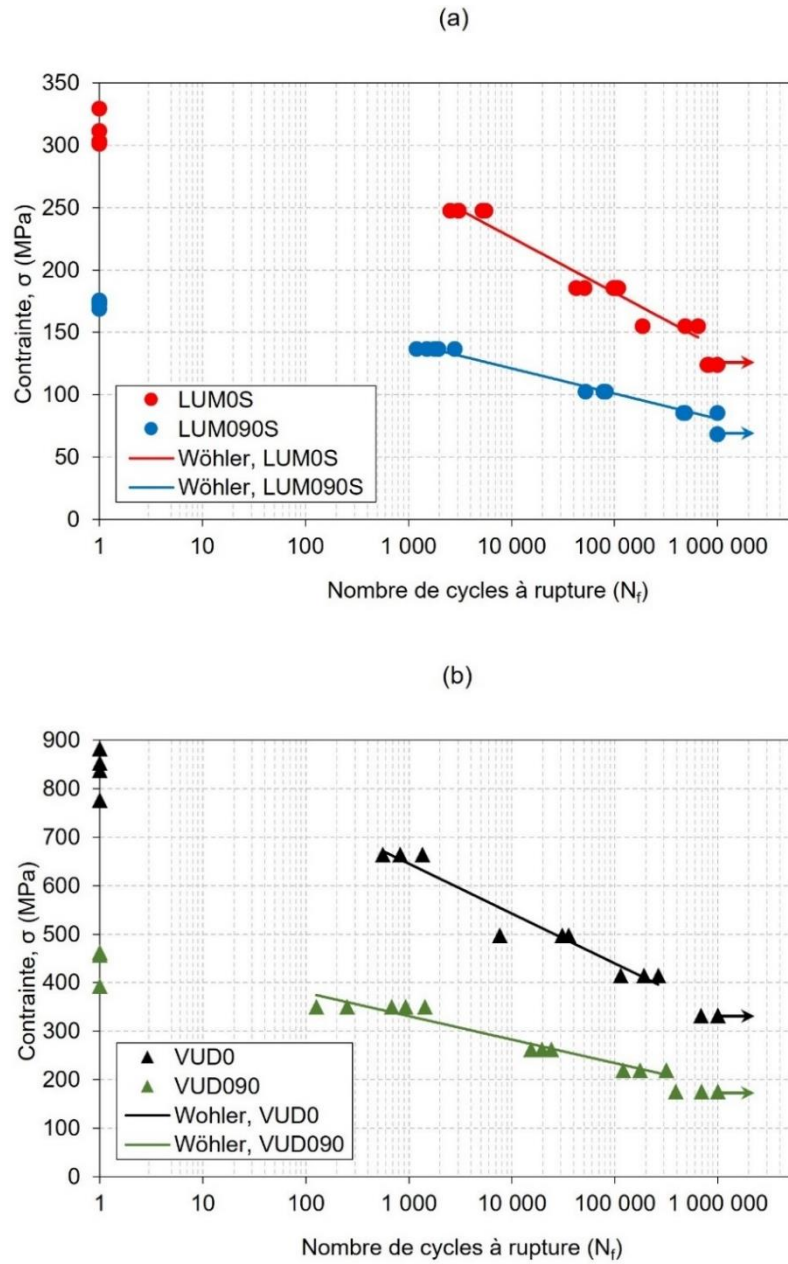


Figure 4.2 – Courbes S-N, avec σ_{\max} en ordonnées, pour les éprouvettes (a) LUM0S et LUM090S, et (b) VUD0 et VUD090

Tableau 4.4 – Paramètres du modèle de Wöhler déterminés pour les différents matériaux étudiés.

Paramètres	LUM0S	LUM090S	VUD0	VUD090
A (MPa)	403	202	954	476
B (MPa/décade)	-44	-20	-103	-48
r^2	0,955	0,985	0,945	0,938

Pour le lin/époxy, on observe sur la Figure 4.2a que pour une valeur de contrainte donnée, la durée de vie en fatigue est plus élevée pour le composite unidirectionnel LUM0S que pour le croisé LUM090S. Ce résultat est cohérent avec ceux des essais de traction quasi-statiques et est rapporté dans la littérature par plusieurs chercheurs comme [Liang et al. 2014; Bensadoun et al. 2016]. Par contre, la pente des courbes S-N des stratifiés UD est supérieure en valeur absolue à celle des croisés, avec $B = -44\text{MPa/décade}$ pour les LUM0S et $B = -20\text{MPa/décade}$ pour les LUM090S (Tableau 4.4). Cette observation indique que les stratifiés croisés ont une meilleure résistance à la fatigue que les stratifiés UD. En effet, cela signifie que pour augmenter la durée de vie des éprouvettes croisées d'une décade par exemple, une baisse de contrainte appliquée plus faible que celle requise pour les éprouvettes UD serait nécessaire. Ce comportement pourrait s'expliquer par le fait que la présence des plis à 90° permet le développement de mécanismes d'endommagement dominés par la matrice, pouvant jouer en quelque sorte le rôle d'amortisseurs.

Pour les éprouvettes verre/époxy, d'après la Figure 4.2b, on observe aussi que les UD ont, pour une valeur de chargement donné, des durées de vie en fatigue plus élevées que celles des stratifiés croisés, conformément aux résultats des essais de traction. De plus, comme pour les lin/époxy, les VUD090 montrent une meilleure résistance à la fatigue que les VUD0, avec un paramètre B à nouveau deux fois plus faible : $B = -48\text{MPa/décade}$ pour les VUD090 et $B = -103\text{MPa/décade}$ pour les VUD0 (Tableau 4.4).

Si l'on compare les lin/époxy et verre/époxy, on constate que pour un nombre de cycles à rupture donné, les contraintes maximales correspondantes sont toujours plus élevées pour les fibres synthétiques (Figure 4.2). En revanche, lorsqu'on compare chaque type de composite pour une séquence d'empilement donnée (unidirectionnelle et croisée), les composites à renfort de lin ont une meilleure résistance à la fatigue que ceux à renfort de verre (Tableau 4.4).

4.2.3 Courbes S-N avec les contraintes normées

À des fins de comparaison, les courbes S-N ont également été tracées avec en ordonnée les contraintes maximales normées par rapport à σ_R , la contrainte à rupture en traction quasi-statique correspondante (Figure 4.3).

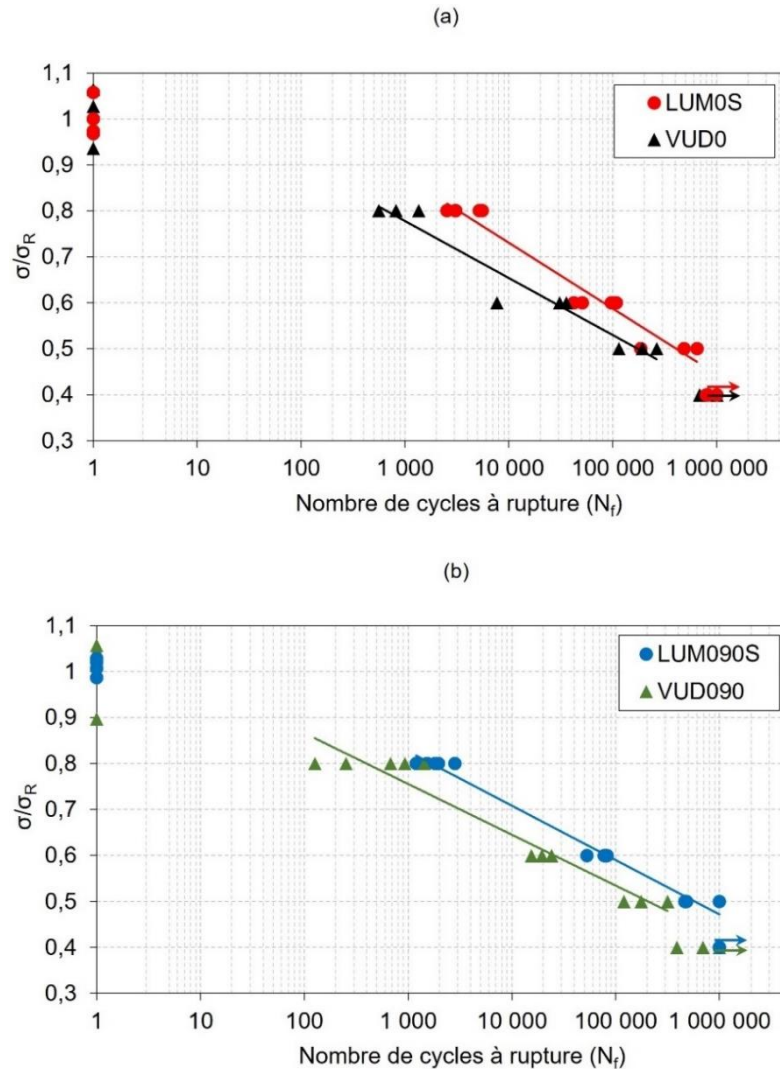


Figure 4.3 – Courbes S-N avec contrainte normée, pour les (a) LUM0S et VUD0, et les (b) LUM090S et VUD090

En comparant les courbes S-N normées pour chaque orientation, on constate que, systématiquement, les courbes du lin/époxy sont décalées vers la droite par rapport à celles du verre/époxy. Cela confirme que, pour un niveau de charge donné (par exemple 70% de la contrainte à la rupture), le nombre de cycles à la rupture atteint par le lin/époxy sera supérieur à celui atteint par le verre/époxy, et ce, pour les deux séquences d'empilement étudiées.

4.2.4 Comparaison des courbes S-N avec la littérature

La Figure 4.4 présente une comparaison des résultats expérimentaux pour le lin/époxy obtenus dans cette thèse (notés « Rouphaël ») avec des courbes S-N médianes (notées « M&B ») déterminées par Mahboob et Bougherara [Mahboob and Bougherara 2018] pour des composites lin/époxy UD et croisés. Il faut noter que les courbes S-N médianes ont été tronquées à $N = 10^6$ cycles à rupture.

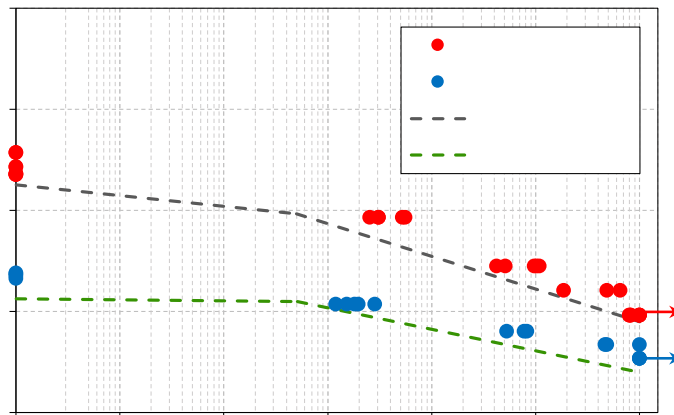


Figure 4.4 – Comparaison des courbes S-N de composites lin/époxy obtenues dans cette thèse (« Rouphaël ») avec les médianes de courbes S-N issues de la littérature (« M&B » d’après [Mahboob and Bougherara 2018]).

Pour une séquence d’empilement donnée, on constate sur la Figure 4.4 que les biocomposites étudiés ici ont une contrainte spécifique à rupture en traction quasi-statique plus élevée que la moyenne. De plus, la durée de vie en fatigue pour les niveaux de charges considérés sont comparables voir plus élevés que la médiane mais reste dans un ordre de grandeur similaire. De cette comparaison on peut conclure que les biocomposites étudiés ici se comparent avantageusement à leurs homologues trouvés dans la littérature.

4.3 Modèle phénoménologique

Le modèle appliqué est le modèle phénoménologique à deux paramètres proposé par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003], qui a été développé en se basant sur le modèle de Caprino et d'Amore [D'Amore, et al. 1996]. L'intérêt de ce modèle par rapport au modèle de Wöhler utilisé précédemment est qu'il permet de prédire la durée de vie en fatigue d'une éprouvette en faisant varier les conditions d'essais telles que la fréquence, le rapport de charge et l'orientation des fibres.

4.3.1 Détermination des paramètres

Tel que présenté au Chapitre 1, le modèle s'écrit sous la forme suivante en remplaçant λ par 1,6 :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad (\text{Eq. 4.2})$$

Le nombre de cycles à la rupture (N_f) est calculé par ce modèle en fonction du rapport de charge (R), de la fréquence (f), du rapport entre σ_R et σ_{max} et de l'angle minimum q des fibres avec la direction de sollicitation. Pour chaque type de matériau et en fonction de la séquence d'empilement, les paramètres α et β doivent être identifiés en se basant sur les résultats expérimentaux. Pour cela, on applique une méthode itérative qui sera expliquée dans ce qui suit.

Explication de la méthode itérative

Pour appliquer la méthode itérative, l'équation 4.2 doit être ramenée à la forme suivante :

$$\alpha \left(N_f^\beta - 1 \right) = \left(\frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|} \quad (\text{Eq. 4.3})$$

Le terme de droite de cette équation est noté « C » et le terme « $N_f^\beta - 1$ » est noté « D ». L'équation 4.3 devient donc :

$$C = \alpha D \quad (\text{Eq. 4.4})$$

L'équation 4.4 est assimilée à l'équation d'une droite, ayant « α » comme pente, de la forme :

$$y = \alpha x + \mu \quad (\text{Eq. 4.5})$$

avec $y = C$, $x = D$ et μ l'ordonnée à l'origine, théoriquement nulle. L'algorithme simplifié de la méthodologie suivie est présenté dans la Figure 4.5.

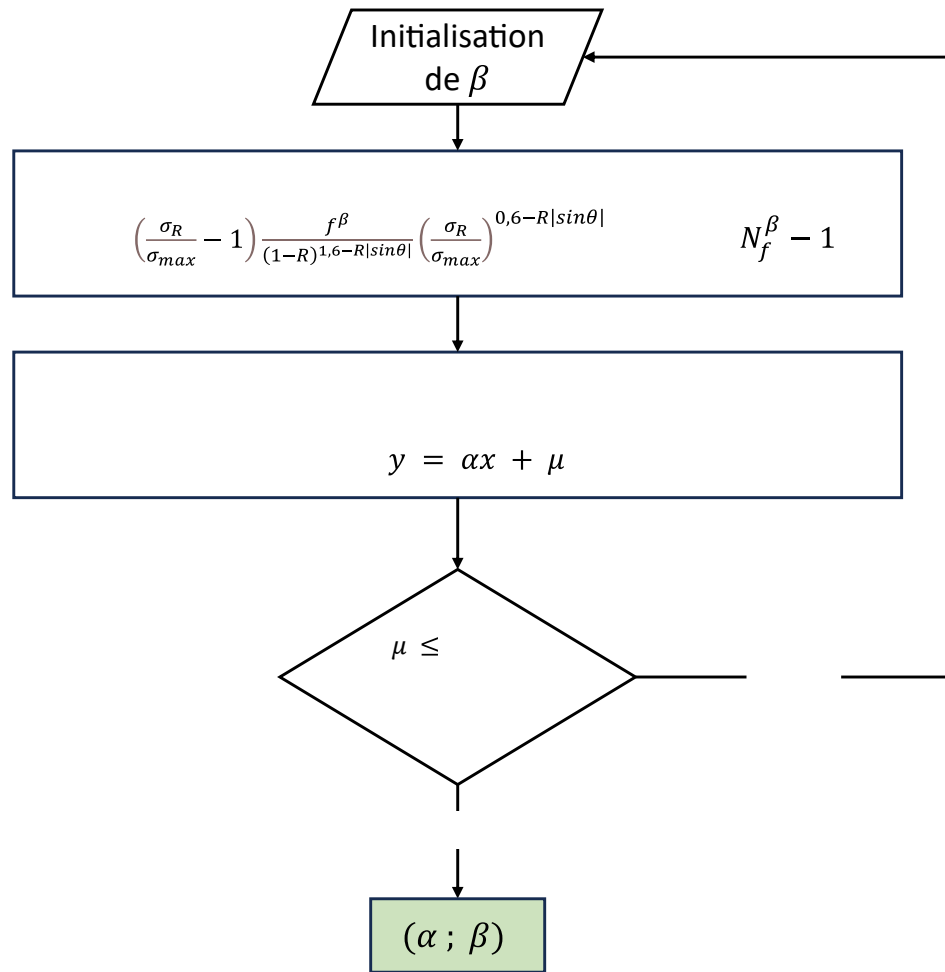


Figure 4.5 – Algorithme de détermination des deux paramètres α et β

Au début, une valeur initiale de β est choisie et les valeurs de C et D sont calculées. Ensuite, il s'agit de déterminer la valeur de β permettant de relier les points expérimentaux par une régression linéaire en minimisant μ le plus que possible, jusqu'à atteindre la précision recherchée. Puis la valeur de α correspondante peut être déterminée.

Les régressions linéaires obtenues sont présentées à la Figure 4.6, pour les stratifiés (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.

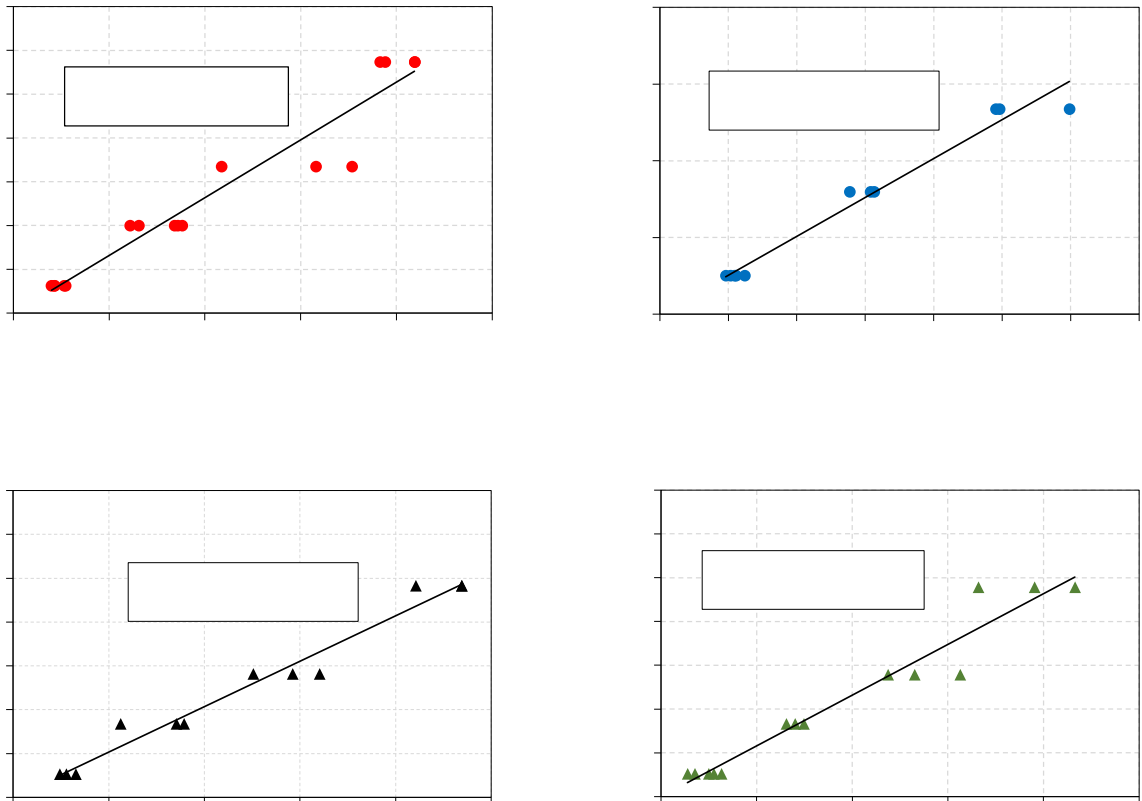


Figure 4.6 – Régressions linéaires pour la détermination des paramètres α et β pour les composites lin/époxy : (a) LUM0S et (b) LUM090S, et verre/époxy : (c) VUD0 et (d) VUD090

Les valeurs des paramètres α et β obtenues sont regroupées dans le Tableau 4.5. À partir de ces paramètres, il a ensuite été possible de tracer les courbes S-N modélisées, lesquelles sont présentées à la section suivante.

Tableau 4.5 – Valeurs des paramètres α et β identifiés pour chaque type d'éprouvette de stratifiés lin/époxy et verre/époxy.

Paramètres	LUM0S	LUM090S	VUD0	VUD090
α	0,0264	0,1014	0,1036	0,1157
β	0,3872	0,2484	0,2801	0,2744

4.3.2 Courbes S-N

Dans cette section, une confrontation entre les données expérimentales et le modèle phénoménologique est effectuée (Figure 4.7). Ici, on compare les courbes S-N du modèle avec les points expérimentaux ayant permis l'identification des paramètres α et β . Il ne s'agit donc pas de prédiction de durée de vie, mais cela permet de valider le modèle pour sa capacité à reproduire les courbes S-N complètes de tous nos matériaux.

Dans la Figure 4.7, les courbes en pointillé représentent les limites inférieures et supérieures du modèle. Ces intervalles de dispersion sont calculés pour chaque stratifié à partir des dispersions des σ_R . Les résultats montrent que, pour tous les matériaux étudiés, le modèle reproduit correctement les courbes S-N expérimentales depuis la première région des courbes S-N pour les hauts niveaux de charge jusqu'aux durées de vie d'un million de cycles de fatigue.

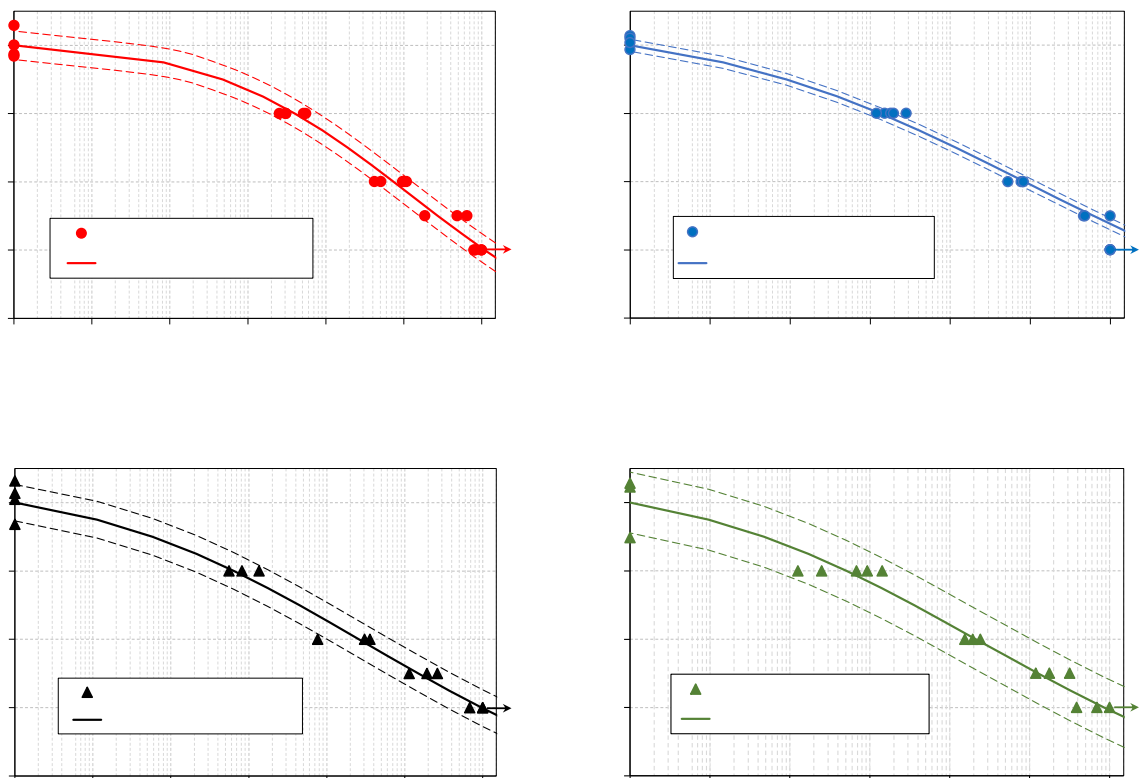


Figure 4.7 – Courbes S-N construites en utilisant le modèle phénoménologique et comparaison avec les données expérimentales pour les éprouvettes (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

4.3.3 Influence des paramètres R et f

Le modèle d'Epaarachchi et Clausen offre la possibilité d'étudier l'effet de la variation du rapport de charge (R) et de la fréquence (f) des essais de fatigue.

La Figure 4.8 présente les durées de vie en fatigue, modélisées, des stratifiés calculées pour des rapports de charge de -1 ; 0,01 ; 0,3 et 0,5 (courbes de couleur grise). Pour comparaison, la courbe S-N obtenue à partir des données expérimentales de ce travail de thèse (pour R = 0,1) est représentée en couleur.

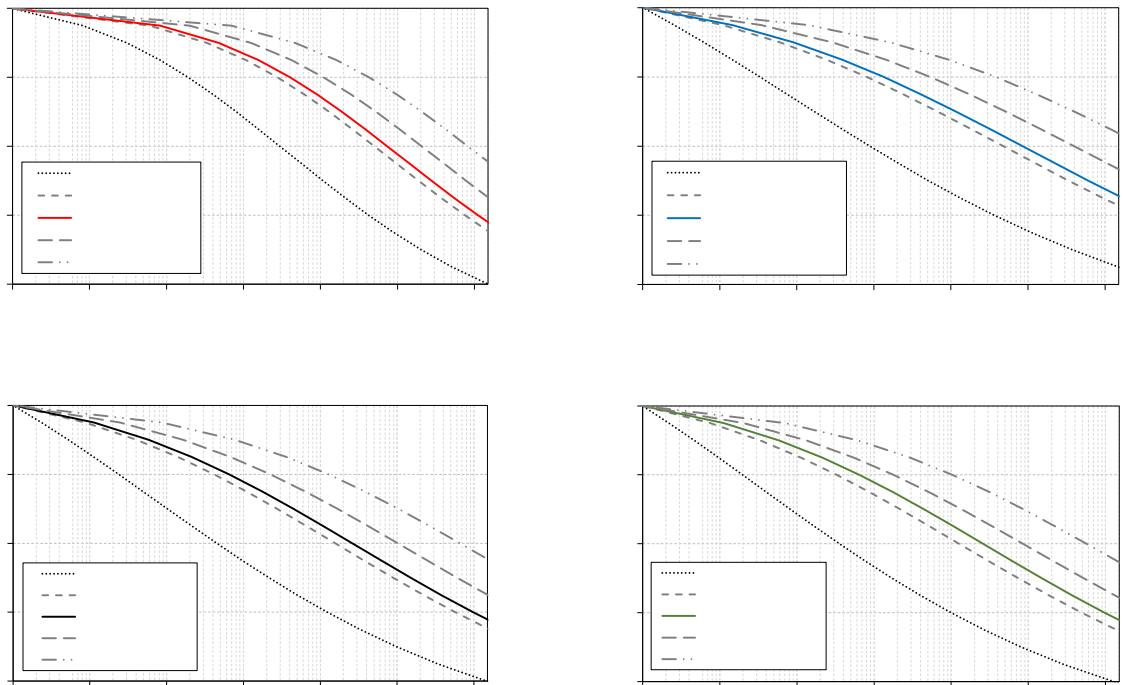


Figure 4.8 – Effet de la variation du rapport de charge sur la durée de vie en fatigue prédite par le modèle phénoménologique pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

On observe que pour tous les stratifiés considérés, l'augmentation du rapport de charge augmente la résistance en fatigue prédite par le modèle analytique. Cette constatation est en accord avec ce qui est trouvé dans la littérature [Caprino and D'Amore 1998; Epaarachchi and Clausen 2003; Shah et al. 2013; Ma et al. 2022] et discuté dans la section 1.5.1 du Chapitre 1.

La Figure 4.9 présente les durées de vie en fatigue des stratifiés pour des fréquences de 0,01 ; 0,1 ; 1 et 10 Hz, ainsi que la courbe S-N obtenue dans ce travail de thèse, pour $f = 5$ Hz. On constate

que pour tous les stratifiés considérés, une augmentation de la fréquence vient augmenter la résistance en fatigue prédite par le modèle. Ce résultat concorde avec ce que concluent Ma et al. [Ma et al. 2022] dans leurs travaux. Par exemple, tel que montré à la Figure 4.8 et comme mentionné par ces auteurs, une augmentation de la fréquence n'est significative que lorsqu'elle augmente d'un facteur de 10 ou même 100.

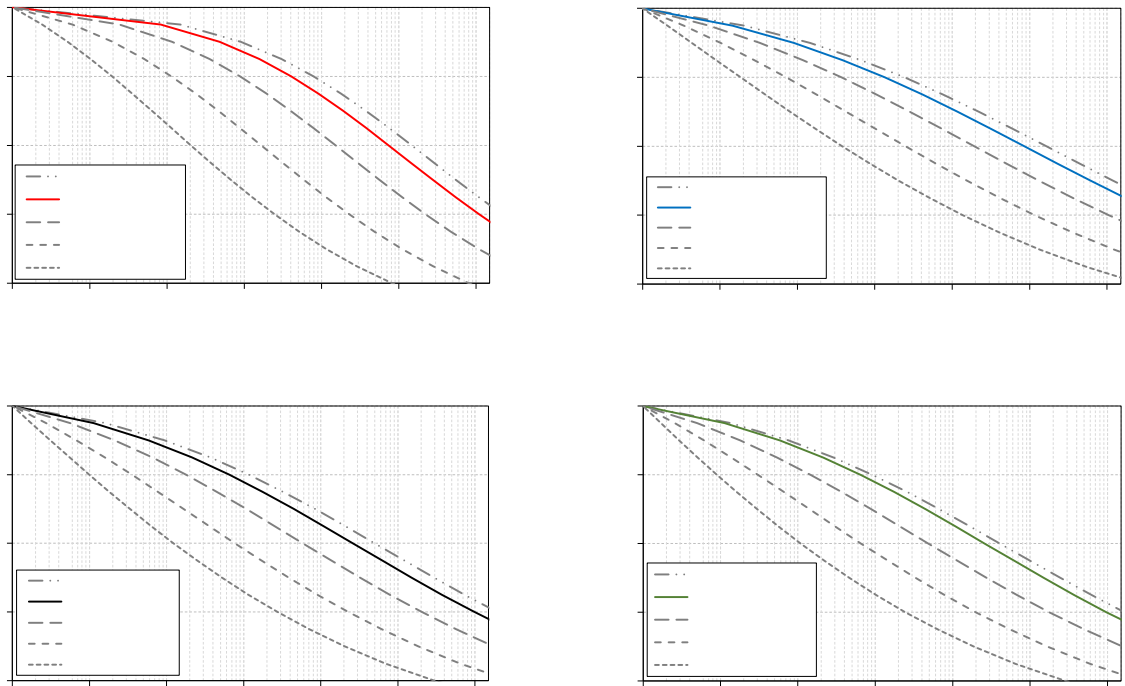


Figure 4.9 – Effet de la variation de la fréquence sur la durée de vie en fatigue prédite par le modèle phénoménologique pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

Il serait intéressant, dans des travaux ultérieurs, de réaliser des tests de fatigue sur ces matériaux en faisant varier R et f afin de vérifier si les courbes S-N obtenues correspondent aux prévisions du modèle.

4.4 Évolution des propriétés mécaniques au cours de la fatigue

L'enregistrement des boucles d'hystérésis tout au long des essais de fatigue a permis d'analyser l'évolution de plusieurs propriétés mécaniques telles que les déformations minimale et maximale et le module sécant.

Dans ce qui suit, les courbes présentées sont des courbes moyennes des mesures effectuées sur plusieurs éprouvettes. Les trois niveaux de chargement choisis pour chaque configuration sont : 40%, 60% et 80% de σ_R . Il faut noter que, pour les essais de fatigue à 40% σ_R , uniquement les courbes des éprouvettes rompues sont prises en considération, sauf pour le cas des éprouvettes lin/époxy [0/90]_{2S} où aucune éprouvette n'a rompu avant 10⁶ cycles.

4.4.1 Boucles d'hystérésis

La Figure 4.10 montre des exemples de boucles d'hystérésis enregistrées lors des essais de fatigue à 60% σ_R , tracées en fonction de la position de la traverse de la machine d'essai. Chaque graphique contient quatre boucles, depuis le premier cycle stabilisé ($N=10$) jusqu'au dernier cycle juste avant la rupture ($N_f - 1$).

On constate que les boucles d'hystérésis se décalent vers la droite lorsque le nombre de cycles de fatigue augmente. Cela marque l'augmentation des déformations minimale ε_{\min} et maximale ε_{\max} pendant l'essai de fatigue. De plus, un phénomène de rigidification est détectable dans le cas des LUM0S et LUM090S, avec une pente augmentée des boucles à 0,2 N_f et 0,6 N_f par rapport au début de l'essai. À l'inverse les essais VUD0 et VUD090 présentent une diminution progressive du module sécant, témoignant d'une dégradation graduelle de la rigidité pendant l'essai. Pour analyser plus finement ces tendances, les sections suivantes présentent l'évolution des déformations ε_{\min} et ε_{\max} et des modules sécants pendant les essais.

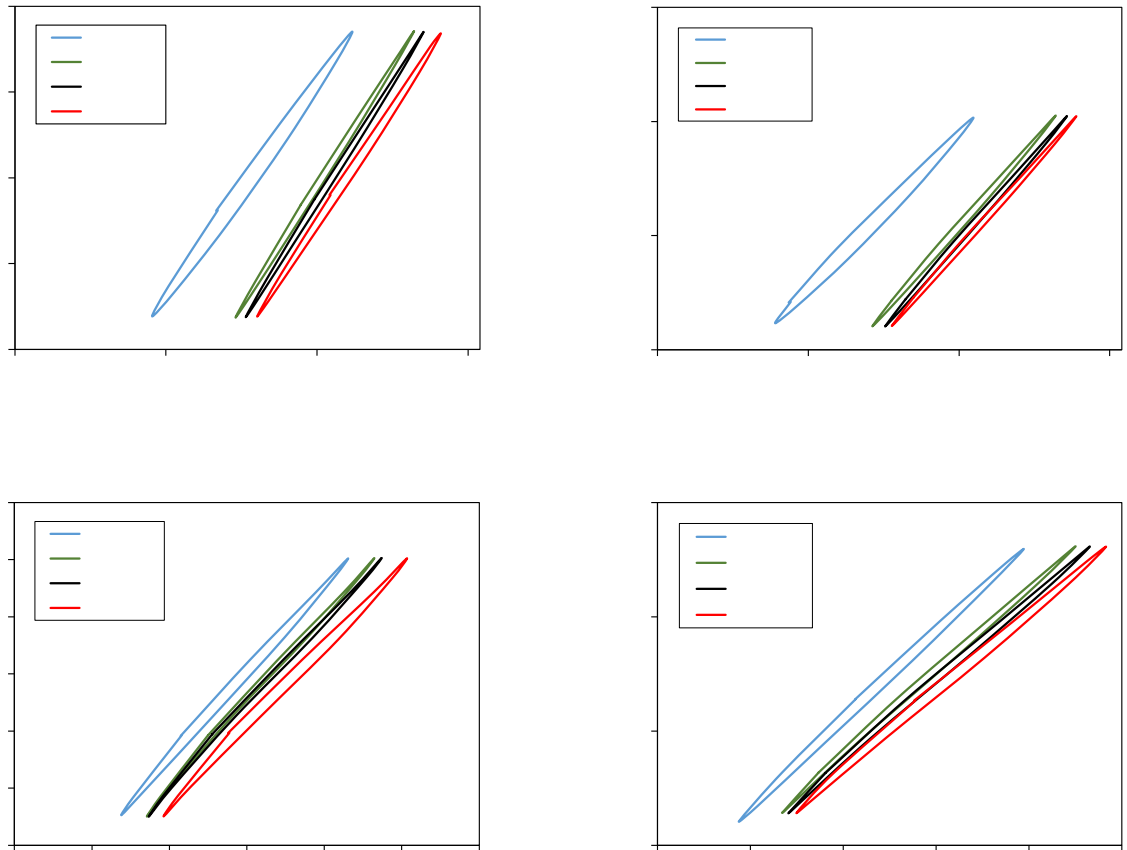


Figure 4.10 – Boucles d’hystérésis pour des éprouvettes sollicitées en fatigue à $\sigma_{\max}=60\%\sigma_R$ pour : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

4.4.2 Déformations maximale et minimale

Pour chaque stratifié et chaque niveau de fatigue, l’évolution des déformations maximale (ϵ_{\max}) et minimale (ϵ_{\min}) en fonction de la fraction de la durée de vie en fatigue (N/N_f) est présentée à la Figure 4.10.

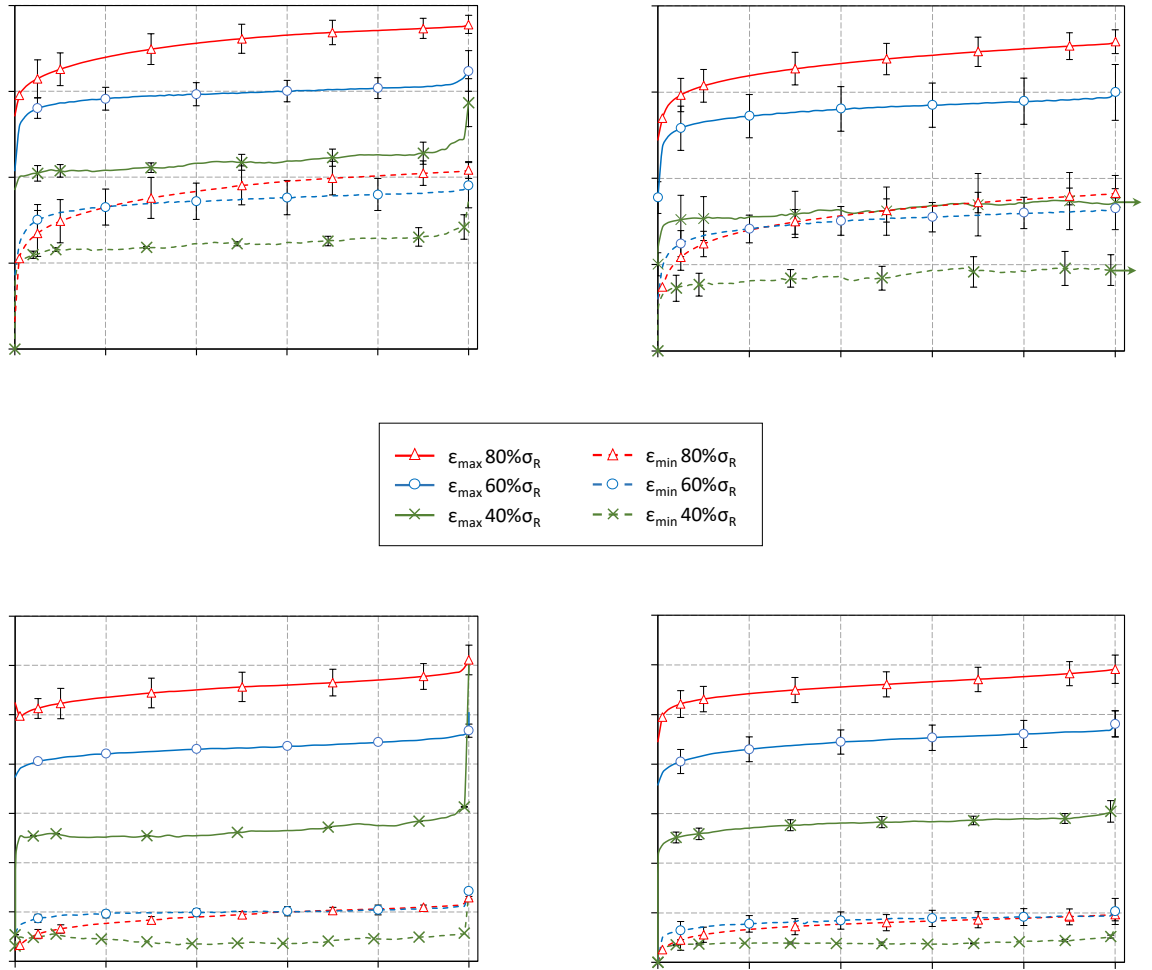


Figure 4.11 – Evolution de la déformation maximale (traits pleins), et de la déformation minimale (traits pointillés) en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

On observe tout d’abord sur la Figure 4.11 que les déformations maximale et minimale ont des évolutions similaires, avec logiquement des valeurs plus faibles pour cette dernière. D’autre part, dans tous les cas, et à la dispersion près, les valeurs des déformations sont plus élevées lorsque le niveau de chargement appliqué augmente. On peut toutefois noter que, pour la déformation minimale, les valeurs pour les niveaux de chargements à 60% σ_R et 80% σ_R sont parfois inversées mais restent très proches et toujours plus élevées que celles à 40% σ_R .

La Figure 4.11 montre également que les déformations maximales du verre/époxy, pour un niveau de chargement donné, sont supérieures à celles du lin/époxy. Cependant, ces derniers ont des déformations minimales deux fois plus élevées que les ε_{\min} du verre/époxy. Donc l'écart entre les déformations maximum et minimum est plus élevé pour le verre/époxy, ce qui témoigne d'un comportement plus élastique des composites à fibres de verre.

L'ordre de grandeur des déformations est cohérent avec celui obtenu lors des essais de traction quasi-statique. De plus, on remarque que pour le lin/époxy, la séquence d'empilement influence les déformations atteintes. Les valeurs obtenues pour l'orientation $[0]_8$ sont légèrement supérieures à celles de l'orientation $[0/90]_{2S}$. Cela s'explique par le fait que, pour un rapport de charge donné, la contrainte appliquée est plus élevée pour le $[0]_8$ que pour le $[0/90]_{2S}$.

Pour les deux types de stratifiés et les deux séquences d'empilement, il est possible de diviser l'évolution des déformations en trois étapes qui, comme rapporté par [Liang 2012b], sont plus ou moins prononcées :

- L'étape I qui se caractérise par une augmentation rapide et non-linéaire de la déformation et qui représente entre 5 et 10 % de la durée de vie de l'éprouvette (selon le niveau de charge appliqué).
- L'étape II qui se distingue par une augmentation lente et quasi-linéaire de la déformation avec le rapport N/N_f . Cette étape représente la plus longue période de l'essai de fatigue.
- L'étape III correspondant à une augmentation rapide de la déformation jusqu'à la rupture finale. Dans certains cas, cette troisième et dernière étape ne peut pas être distinguée car elle se limite à seulement quelques cycles.

Il est important de souligner que les écarts-types placés sur les courbes moyennes montrées dans cette section représentent les courbes enveloppes des courbes expérimentales obtenues pour un cas donné. Comme montré dans la Figure 4.12a, pour le cas des LUM0S testés en fatigue à $60\% \sigma_R$, les écarts-types révèlent une tendance haussière et donc la courbe moyenne avec les écarts-types

(Figure 4.12b) est représentative de l'évolution de la propriété étudiée. Cela a été vérifié pour tous les cas.

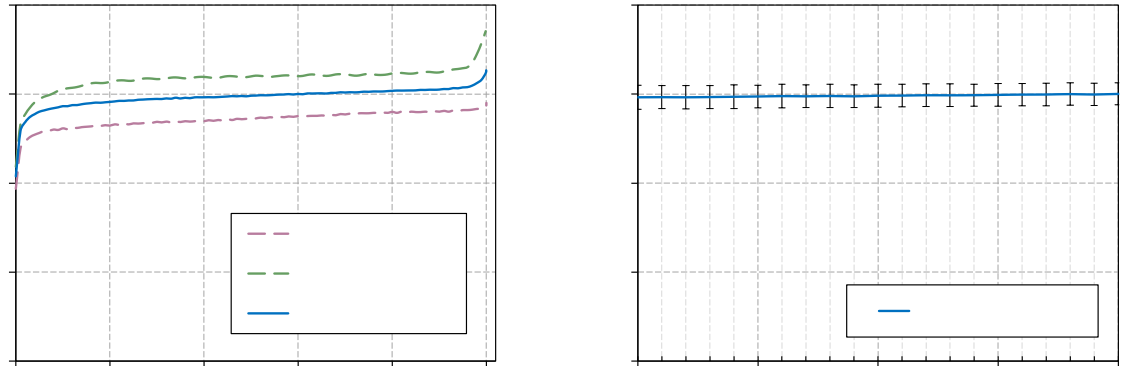


Figure 4.12 – Evolution de la déformation maximale des éprouvettes LUM0S testées à $60\% \sigma_R$: (a) courbes extrêmes (haut et bas) et courbe moyenne, (b) détail de la courbe moyenne entre 0,4 et 0,6 N/N_f

4.4.3 Module sécant

Comme défini dans le Chapitre 2, le module sécant du cycle 'N' est noté E_N et représente la pente de la boucle d'hystérésis du cycle 'N' de fatigue.

La Figure 4.13 présente pour chaque matériau et chaque orientation, l'évolution du module sécant normé par sa valeur initiale (E_N/E_0) en fonction de la fraction de la durée de vie en fatigue (N/N_f), pour trois niveaux de chargement appliqué : 40%, 60% et 80% de σ_R .

D'une manière générale, on constate sur la Figure 4.13 que l'évolution du module sécant est influencée par le type de renfort considéré et par la séquence d'empilement.

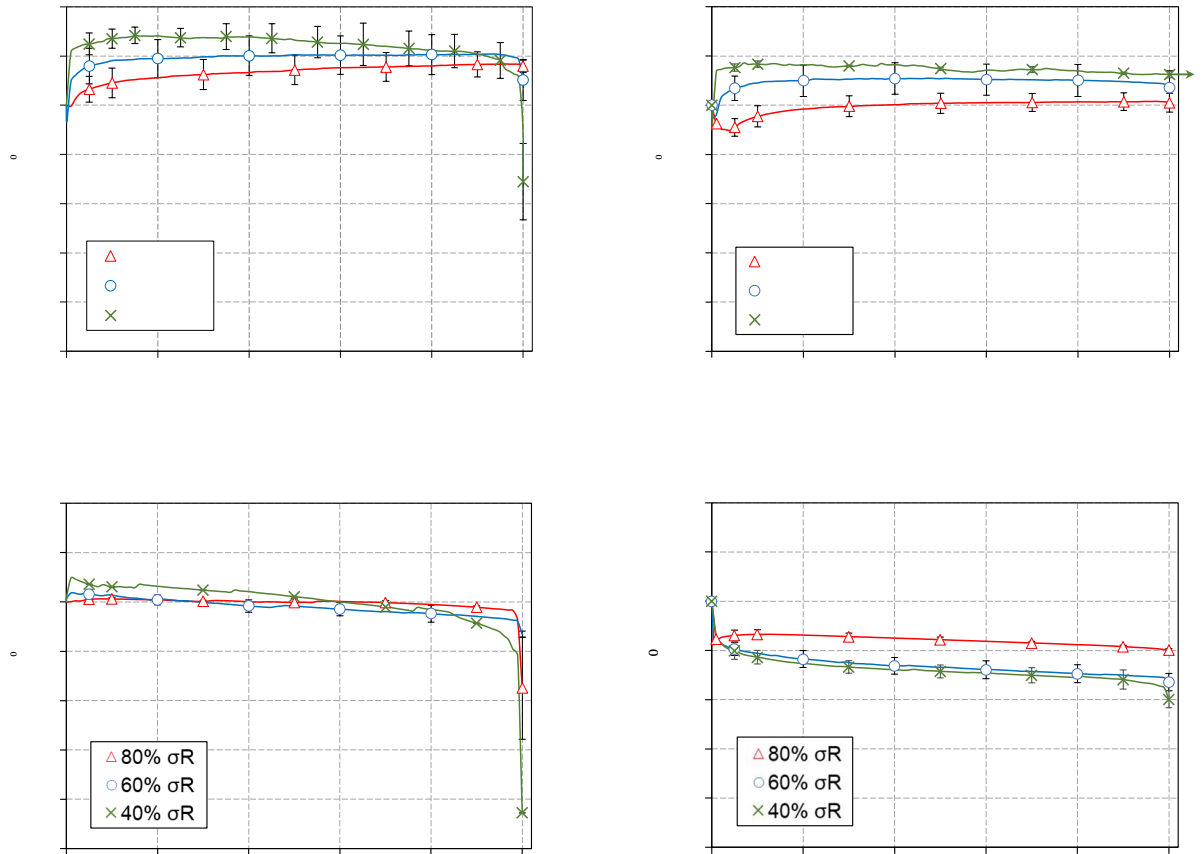


Figure 4.13 – Evolution du module sécant en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

Lin/époxy

Pour les deux empilements lin/époxy, pour tous les niveaux de chargement, un phénomène de rigidification plus ou moins marqué et étendu dans le temps est observé (Fig. 4.13a et b). La rigidification a déjà été rapportée dans la littérature dans plusieurs travaux comme ceux de [Liang et al. 2012; Liang et al. 2014; El Sawi et al. 2014; Asgarinia et al. 2015; Bensadoun et al. 2016; Ueki et al. 2018; Jeannin et al. 2019]. D’après ces auteurs, la rigidification peut être expliquée par le redressement des fibres de lin combinée avec un possible réalignement des microfibrilles, c’est à dire une diminution de l’angle microfibrillaire.

Dans ses travaux sur les fibres unitaires de lin, Baley [Baley 2002] a montré que, sous un chargement uniaxial cyclique en traction, le module d’élasticité des fibres de lin augmente entre

60% et 80%. Il a attribué ce phénomène au réalignement des microfibrilles de cellulose enroulées en spirale essentiellement dans la couche S2. Ces travaux et ceux de la littérature montrent également qu'à l'échelle du composite, la rigidification est moins importante que celle trouvée pour les fibres élémentaires. Cela est dû à leur imprégnation par la matrice polymère, ce qui va limiter leurs déformations.

La Figure 4.13 montre également que, pour un niveau de chargement donné, l'augmentation du module sécant des $[0]_8$ est plus marquée que celle des $[0/90]_{2S}$. Cela est lié au fait que les LUM0S sont constitués à 100% de plis orientés dans la direction de chargement, alors qu'il n'y en a que 50% dans les LUM090S. D'autre part, on remarque une légère diminution du module sécant au début de la durée de vie des éprouvettes LUM090S pour un niveau de chargement de $80\%\sigma_R$ (Fig. 4.13b). Cette observation a aussi été détectée par [Liang 2012b], qui l'explique par l'effet, dès les premiers cycles de fatigue, de la fissuration des plis à 90° , qui sont dans la direction orthogonale au chargement.

Finalement, les tendances observées pour le lin/époxy sont les suivantes :

- À $40\%\sigma_R$: la rigidification atteint, dès le début de l'essai, environ 14% et 9% pour les LUM0S et les LUM090S respectivement. Puis le module commence à décroître. Pour les LUM0S, une chute rapide du module a lieu en fin de vie de l'éprouvette (à partir de $0,9N_f$). On ne peut pas conclure sur la fin de vie des LUM090S car elles n'ont pas rompu ;
- À $60\%\sigma_R$: la rigidification atteint 10% et de 5% pour les LUM0S et LUM090S respectivement, dès le début de l'essai. Puis une longue phase de stabilisation est observée avant la rupture finale de l'éprouvette.
- pour $80\%\sigma_R$: la rigidification se poursuit tout au long de l'essai, il n'y a pas de phase de stabilisation. Les valeurs maximum atteintes sont de 8% et 1% pour les LUM0S et les LUM090S respectivement.

Verre/époxy

Contrairement au lin/époxy, l'évolution du module sécant des composites verre/époxy présente une tendance globale décroissante (Fig. 4.13c et d).

Pour les VUD0, l'évolution du module sécant pour les différents niveaux de chargement est similaire. On peut noter, pour les niveaux de $40\%\sigma_R$ et $60\%\sigma_R$, une légère augmentation du module sécant de 3% et 2% respectivement, au tout début des essais. Cette augmentation initiale de la

rigidité avait également été observée dans le cas de stratifiés UD à renforts de verre ou de graphite, comme rapporté par [Shah 2016].

Pour les VUD090, les courbes des niveaux de $40\%\sigma_R$ et $60\%\sigma_R$ se distinguent par rapport à celle de $80\%\sigma_R$ et la diminution du module sécant est inversement proportionnelle au niveau de chargement appliqué, comme trouvé par [Liang et al. 2012]. Pour le niveau de $40\%\sigma_R$, la perte de rigidité se divise clairement en trois phases : une première phase caractérisée par une forte diminution du module, une deuxième phase correspondant à une diminution lente et quasiment linéaire et enfin une troisième phase avec une chute rapide du module marquant la rupture de l'éprouvette. On retrouve ainsi les trois étapes décrites dans la Figure 4.11.

4.5 Mécanismes d'endommagement

L'analyse post-mortem des endommagements par fatigue a été effectuée par microtomographie à rayons X et par microscopie électronique à balayage (MEB). Les scans de microtomographie ont été réalisés avec une résolution de 30 μm (un défaut ayant une dimension inférieure à 30 μm ne pourra donc pas être détecté).

4.5.1 Microtomographie à rayons X

La Figure 4.14 présente des exemples d'images issues de la microtomographie pour les deux empilements de lin/époxy, LUM0S et LUM090S, après rupture en fatigue à 60% σ_R , dans les plans : (X-Y), (X-Z) et (Y-Z). Comme évoqué au Chapitre 2, ces images montrent le faible taux de porosité dans les composites. Pour les LUM0S, dans les plans (X-Y) et (X-Z), on observe que la rupture s'est produite à des hauteurs différentes dans le stratifié, menant à un faciès en « V ». Pour les LUM090S, la rupture est contrôlée par les plis à 90° et est donc perpendiculaire à la direction de sollicitation. Pour les deux empilements, on notera qu'en dehors de la zone de rupture, aucun autre endommagement n'est visible, ce qui suggère qu'aucun défaut ayant une dimension supérieure à 30 μm ne s'est produit dans le reste de l'échantillon. De la même manière, dans une étude de Barbière [Barbière 2020] sur des composites tissés de chanvre/époxy, même pour une résolution de 15 μm , aucun endommagement n'avait été détecté en dehors de la zone de rupture dans les éprouvettes de type [(0/90)]₇ après rupture en fatigue.

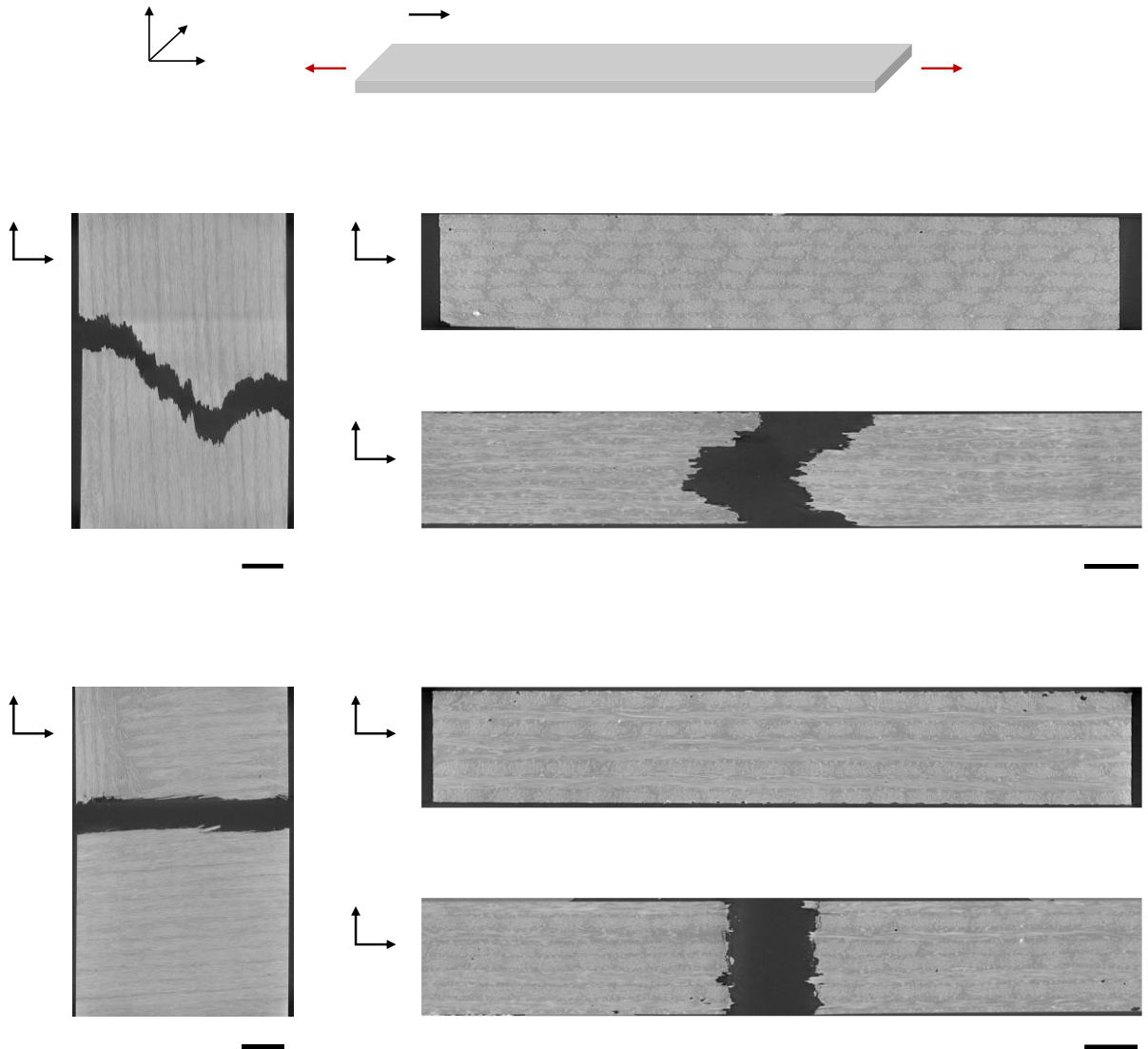


Figure 4.14 – Images par microtomographie des plans (X-Y), (X-Z) et (Y-Z) dans les éprouvettes LUM0S et LUM090S rompues en fatigue pour $\sigma_{\max} = 60\% \sigma_R$

4.5.2 Microscopie électronique à balayage

Les faciès de rupture des éprouvettes LUM0S et LUM090S testées en fatigue aux différents niveaux de chargement ont été observés au MEB (Figure 4.15).

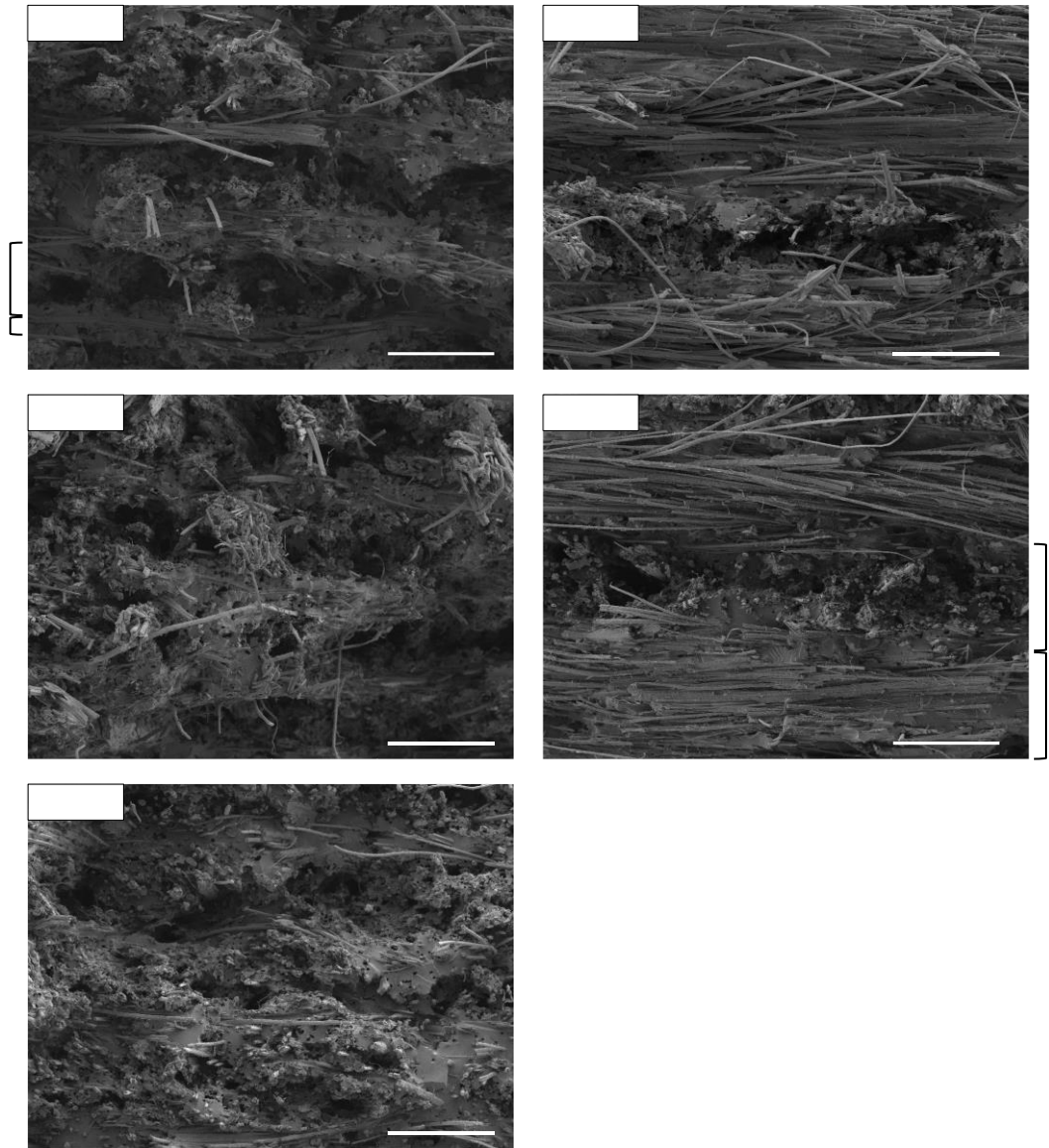


Figure 4.15 – Images MEB des faciès de rupture des éprouvettes (a) LUM0S et (b) LUM090S après rupture en fatigue à $80\% \sigma_R$, $60\% \sigma_R$ et $40\% \sigma_R$.

Sur ces images, il est possible de repérer les couches UD et mat des renforts (Figure 4.15a) ainsi que les plis à 0° et 90° des stratifiés $[0/90]_{2S}$ (Figure 4.15b). Les éprouvettes de lin/époxy à plis croisés n'ayant pas rompu avant 10^6 cycles lors des essais de fatigue à $40\% \sigma_R$, il n'a pas été possible d'obtenir une image de faciès de rupture pour ce cas. Dans tous les autres cas, pour chaque empilement et indépendamment du niveau de charge en fatigue, les faciès de rupture ont des allures similaires.

Des exemples d'images à fort grossissement sont présentés à la Figure 4.16. On peut voir de nombreux déchaussements de fibres et empreintes de fibres ainsi que des décohésions fibre-matrice et une fissure matricielle.

Ces mécanismes d'endommagement sont en accord avec ce qui est rapporté dans la littérature dans des études sur la fatigue de stratifiés lin/époxy [Liang et al. 2014; Bensadoun et al. 2016; Seghini et al. 2020].

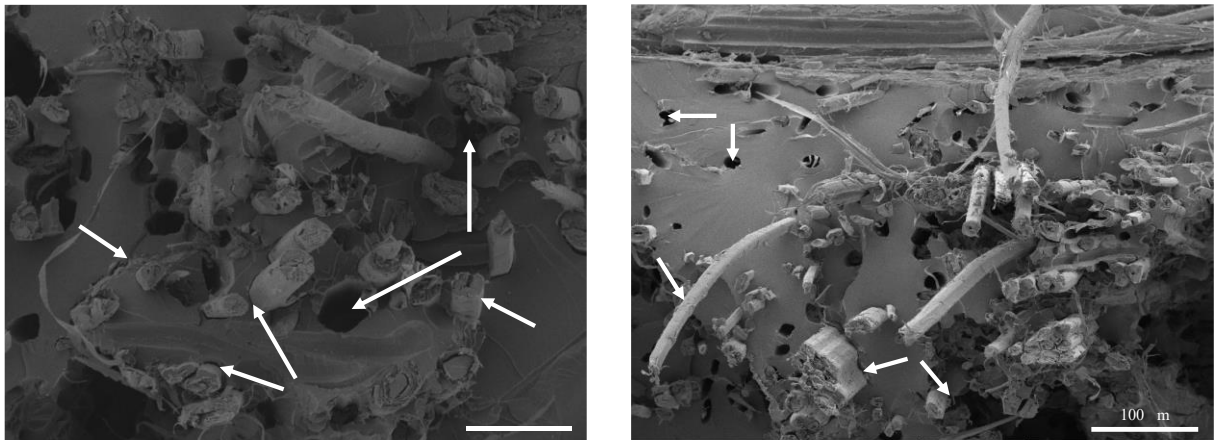


Figure 4.16 – Images MEB des faciès de rupture des éprouvettes (a) LUM0S et (b) LUM090S après rupture en fatigue à $80\% \sigma_R$.

À noter qu'il n'a pas été possible d'obtenir des images MEB des faciès de rupture pour les éprouvettes verre/époxy car :

- Dans le cas des VUD0, aucune rupture nette n'a eu lieu, on observait plutôt des fissurations longitudinales ainsi que la rupture des fibres jusqu'à mi-largeur de l'éprouvette (Figure 4.17a).
- Dans le cas des VUD090, les faciès de rupture étaient recouverts de fibres de verre rompues, empêchant de visualiser la matrice (Figure 4.17b).

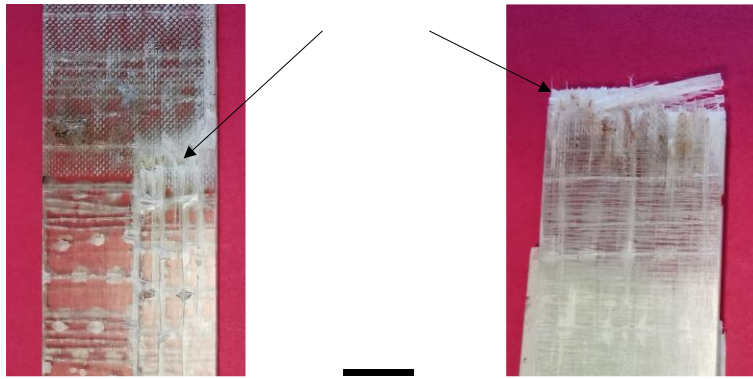


Figure 4.17 – Zones de rupture des éprouvettes VUD0 et VUD090 testées en fatigue à 60% σ_R

4.6 Propriétés résiduelles

Les éprouvettes qui n'ont pas rompu en fatigue avant 1 000 000 de cycles pour un niveau de charge à 40% ont ensuite été testées en traction quasi-statique jusqu'à la rupture pour déterminer leurs propriétés résiduelles. Le module d'élasticité, la résistance et la déformation à rupture ont été déterminés et sont présentés dans cette section.

À noter que pour les LUM0S et VUD090, un seul essai de traction post-fatigue a été effectué, ce qui ne permet pas de vérifier la reproductibilité des résultats.

4.6.1 Courbes de traction après fatigue

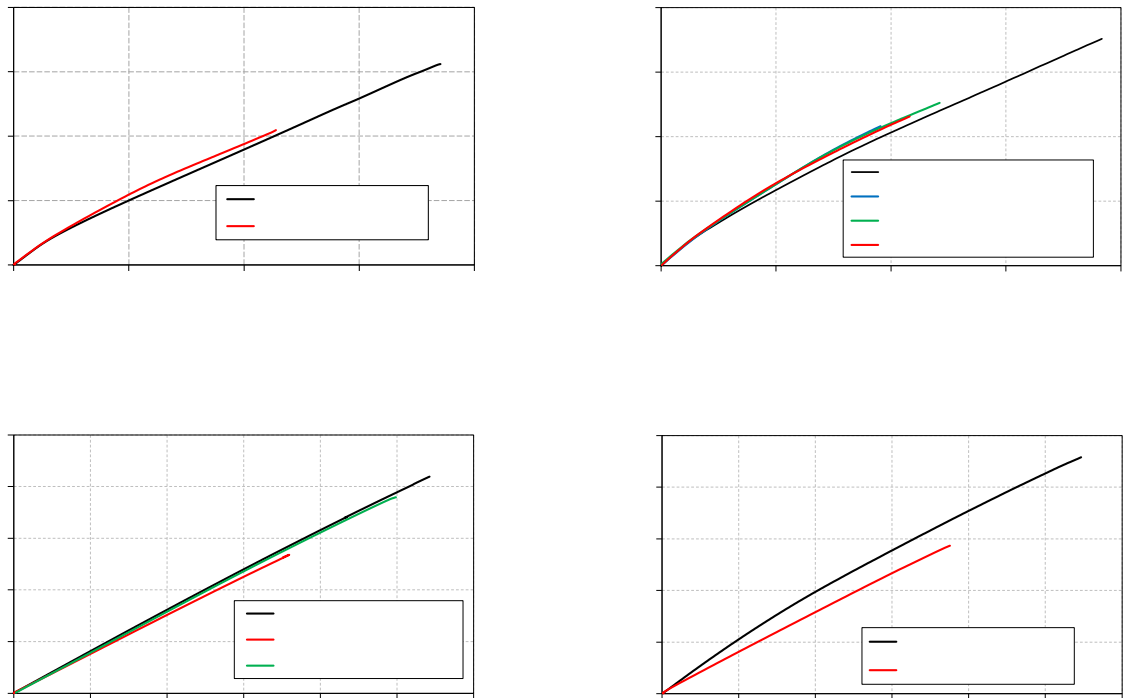


Figure 4.18 – Courbes σ - ε des essais de traction sur des éprouvettes avant fatigue ou après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

Les courbes contrainte-déformation en traction avant essai de fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R sont présentées sur la Figure 4.18.

On constate tout d'abord que, quel que soit le matériau, les éprouvettes ayant subi de la fatigue voient leur contrainte et déformation à rupture diminuer par rapport aux éprouvettes non préalablement testées en fatigue. D'autre part, on observe que les courbes de traction des éprouvettes testées en fatigue sont au-dessus (dans le cas du lin/époxy) et au-dessous (dans le cas du verre/époxy) de celles des éprouvettes non-soumises à la fatigue. La Figure 4.18 montre également que les VUD0 après fatigue conservent un comportement linéaire. En ce qui concerne les VUD090, l'éprouvette testée après fatigue montre un comportement linéaire qui est différent de la partie linéaire initiale des éprouvettes saines testées en traction, mais avec une pente qui semble être parallèle à la deuxième partie de la courbe de traction sur une éprouvette saine.

4.6.2 Contrainte à la rupture résiduelle après fatigue

Selon les histogrammes de la Figure 4.19, pour tous les matériaux considérés, la contrainte résiduelle à la rupture après 10^6 cycles de fatigue à $40\%\sigma_R$ est inférieure à celle des éprouvettes n'ayant subi aucun cycle de fatigue.

Dans une étude de Bensadoun [Bensadoun 2016], le comportement en traction après 500 000 cycles de fatigue (traction-traction) à $30\%\sigma_R$ a été analysé pour des éprouvettes UD et croisées de lin/époxy et d'autres croisées de verre/époxy ($V_f \simeq 40\%$). Ils ont montré que, dans ces conditions, la contrainte résiduelle ne varie pas significativement. Dans notre étude, les conditions sont plus sévères (10^6 cycles de fatigue à $40\%\sigma_R$), ce qui explique la diminution d'environ 30% de la contrainte résiduelle après fatigue (Figure 4.19).

Cependant, pour tous les matériaux étudiés, les contraintes résiduelles mesurées sont supérieures à la contrainte maximale appliquée lors de l'essai de fatigue (voir Tableau 4.1). Ce résultat explique pourquoi ces éprouvettes n'ont pas rompu en fatigue.

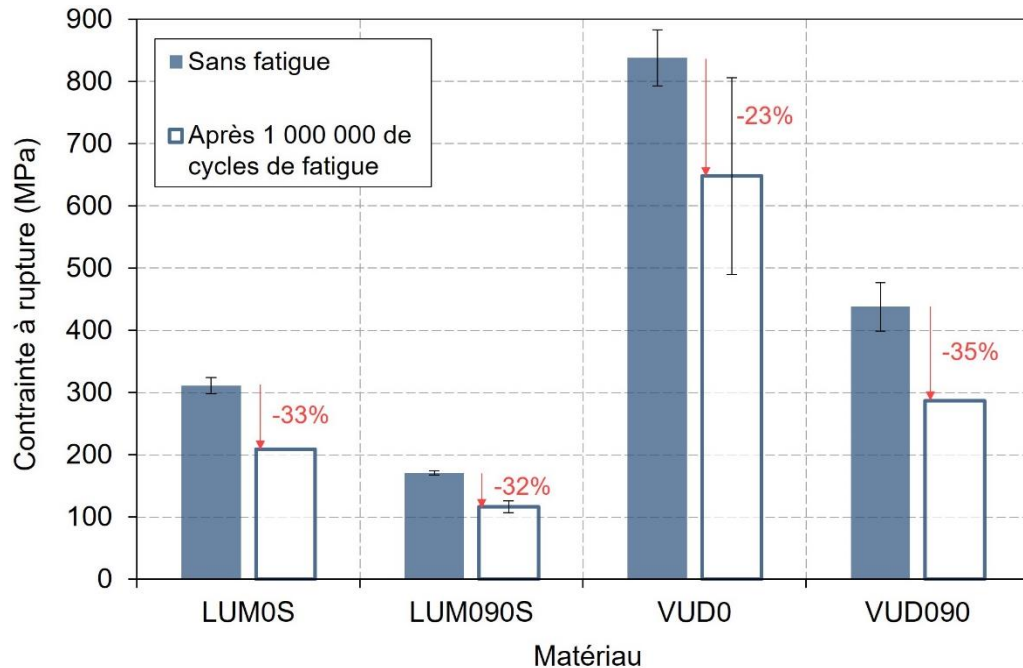


Figure 4.19 – Comparaison des contraintes à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d’empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_R$

4.6.3 Module d’Young résiduel après fatigue

La Figure 4.20, montre la variation du module élastique avant et après un million de cycles de fatigue. On constate que pour les éprouvettes lin/époxy, le module élastique après fatigue est comparable à celui des éprouvettes non préalablement testées en fatigue (+0.8% pour les LUM0S et -0.2% pour les LUM090S). Or, d’après les courbes d’évolution du module sécant présentées à la section 4.4.2 (Figure 4.13a et b), on aurait pu s’attendre à trouver des valeurs légèrement plus élevées du module élastique après fatigue. Cette différence s’explique peut-être par le fait que la détermination des modules est différente selon le type d’essai : tangente initiale pour le module élastique des essais de traction et pente des points extrêmes des boucles d’hystérésis pour le module sécant des essais de fatigue. Dans tous les cas, les résultats montrent que pour les stratifiés lin/époxy, le module d’élasticité après un million de cycles de fatigue à $40\% \sigma_R$ est au moins conservé.

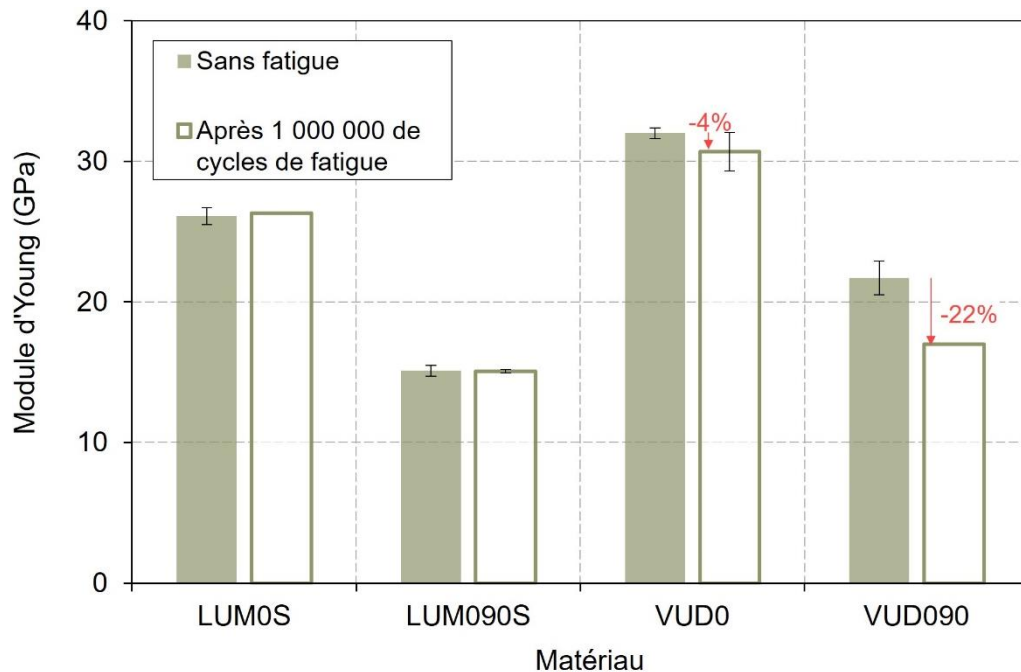


Figure 4.20 – Comparaison des modules élastiques en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d’empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à 40% σ_R

Dans le cas des éprouvettes de verre/époxy, la Figure 4.20 montre que la diminution du module élastique est de 4% pour les VUDO et de 22% pour l’éprouvette VUD090 testée. Ces valeurs sont en accord avec les tendances de décroissance du module sécant (Figure 4.13c et d). De plus, la chute du module élastique des VUD090 de 22% entraîne que la courbe de traction après fatigue à une allure parallèle à la deuxième partie de la courbe de traction sur une éprouvette saine (Figure 4.18). Cela montre donc que les cycles de fatigue appliqués à l’éprouvette VUD090 ont créé des endommagements correspondant à la deuxième partie de la courbe de traction de l’éprouvette saine.

4.6.4 Déformation à la rupture résiduelle après fatigue

Les déformations à la rupture en traction avant et après fatigue sont présentées pour tous les matériaux étudiés à la Figure 4.21. Dans tous les cas, on observe une baisse de la déformation à la rupture en traction après les essais de fatigue. Celle-ci est reliée à l’accumulation des déformations résiduelles au cours des chargements en fatigue, comme montré sur la Figure 4.10 avec l’évolution

des déformations minimales. Les éprouvettes LUM0S et LUM090S montrent une chute comparable de déformation à la rupture d'environ 40%. Cette baisse est beaucoup plus élevée que celle observée pour les VUD0 et VUD090 de 25% et 31% respectivement. Cette différence entre le lin et le verre est en accord avec les tendances des déformations minimales présentées à la section 4.4.1 (Figure 4.11). En effet, les éprouvettes lin/époxy ont des déformations minimales nettement plus élevées, au cours des essais de fatigue, que celles du verre/époxy.

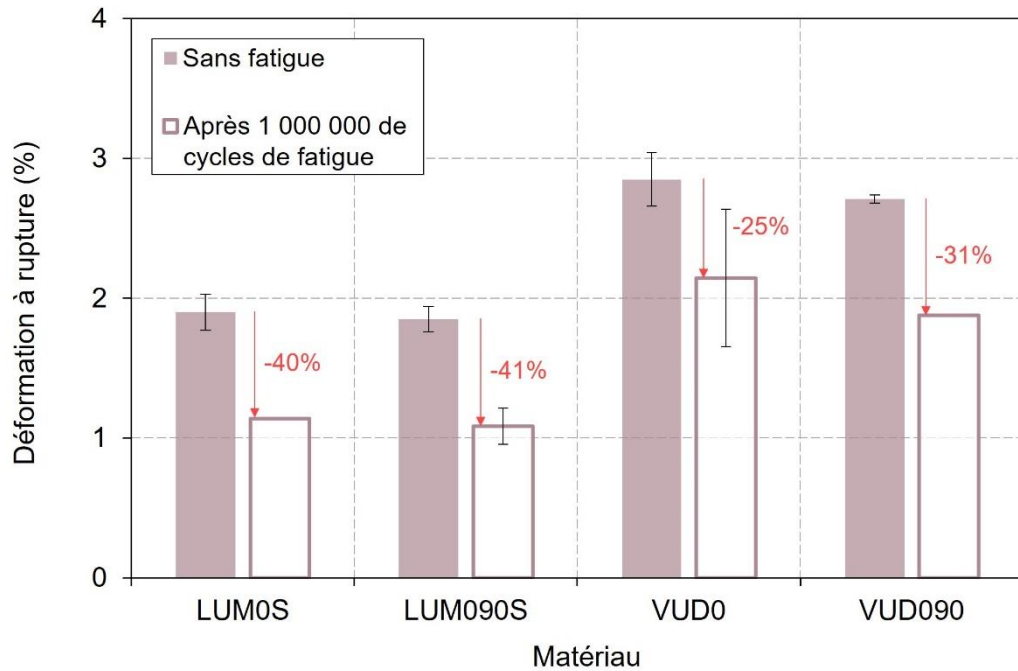


Figure 4.21 – Comparaison des déformations à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_R$

Bilan du Chapitre IV

Dans ce chapitre, le comportement en fatigue de type traction-traction est analysé pour les stratifiés lin/époxy non fibrillés et verre/époxy pour deux séquences d'empilement différentes : $[0]_8$ et $[0/90]_{2s}$. Quatre niveaux de charge en fatigue sont fixés : 40%, 50%, 60% et 80% de σ_R . L'analyse des courbes S-N a montré que, pour un nombre de cycles à la rupture donné, les contraintes maximales correspondantes sont toujours plus élevées pour les composites à fibres synthétiques que pour ceux à fibres de lin. Cependant, quelle que soit la séquence d'empilement, les stratifiés de lin/époxy ont une meilleure résistance à la fatigue que ceux à renfort de verre. Pour un niveau de charge donné (par exemple 60% de la contrainte à rupture), le nombre de cycles à la rupture atteint par le lin/époxy est toujours supérieur à celui atteint par le verre/époxy pour un même empilement.

Ensuite, le modèle phénoménologique d'Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] a été appliqué. Pour chaque matériau, une méthodologie itérative a été utilisée pour déterminer les deux paramètres à identifier. Il a été vérifié que ce modèle permet de bien reproduire les courbes S-N des quatre stratifiés lin/époxy et verre/époxy. La capacité de ce modèle à prédire le comportement en fatigue a été explorée en faisant varier la fréquence des essais et le rapport de charge.

L'étude des boucles d'hystérésis obtenues tout au long des essais de fatigue a permis de suivre l'évolution des déformations minimales et maximales et du module sécant. Les résultats montrent que cette évolution peut être divisée en trois étapes successives, caractéristiques du comportement en fatigue. Pour tous les composites étudiés, les déformations minimales et maximales augmentent au cours de la fatigue. Les déformations maximales sont moins élevées pour les stratifiés lin/époxy que pour les verre/époxy, et inversement pour les déformations minimales. En ce qui concerne le module sécant, un phénomène de rigidification a été observé pour les biocomposites de cette étude, tandis qu'une perte de rigidité a été constatée dans les verre/époxy.

L'analyse des faciès de rupture des éprouvettes lin/époxy a permis d'identifier un nombre élevé de déchaussements de fibres et de décohésions fibre/matrice. Cependant, les scans microtomographiques ont montré que les endommagements sont exclusivement localisés dans la zone de rupture.

Des essais de traction jusqu'à la rupture ont également été réalisés sur les éprouvettes ayant subi un million de cycles de fatigue sans casser. Les résultats montrent, pour tous les composites, une

chute des contraintes et déformations à la rupture. Cependant, les éprouvettes de lin/époxy présentent une stabilité du module élastique après fatigue, ce qui constitue un avantage par rapport aux verre/époxy qui voient leur module diminuer.

Chapitre V

Influence d'un impact à basse vitesse sur la durée de vie en fatigue

Dans ce chapitre, l'influence d'un impact à basse vitesse de 5J sur les propriétés mécaniques est étudiée pour les composites lin/époxy standards et verre/époxy avec les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2s}$. En premier lieu, les propriétés post-impact en traction quasi-statique de ces matériaux sont déterminées. En second lieu, le comportement post-impact en fatigue de type traction-traction est analysé. Ensuite, la possibilité d'appliquer le modèle analytique d'Epaarachchi et Clausen est testée afin de prédire la durée de vie des éprouvettes impactées en utilisant les deux paramètres caractéristiques identifiés sur les éprouvettes non impactées. Un suivi d'endommagements est réalisé par microtomographie à Rayon X. Enfin, les propriétés résiduelles en traction quasi-statique sont déterminées pour les éprouvettes non rompues après 10^6 cycles de fatigue.

5.1 Essais de traction post-impact

Dans cette partie, l'influence d'un impact à basse vitesse, avec une énergie incidente de 5J, sur les propriétés en traction quasi-statique des composites LUM0S, LUM090S, VUD0 et VUD090 est présentée et analysée. Pour ce travail, tous les tests d'impact ont été effectués avec la tour de chute Imatek IM 10 ITS à l'ESTACA, et pour chaque type d'éprouvette, trois répétitions ont été effectuées.

5.1.1 Détermination de la largeur des éprouvettes

Pour effectuer les essais de traction et de fatigue post-impact, il est nécessaire de découper des échantillons dans les plaques impactées, et donc de choisir une largeur d'éprouvette permettant d'inclure l'ensemble des dommages créés par l'impact.

Lin/époxy

Les inspections visuelles ont montré que les endommagements sur la face arrière de chaque éprouvette ne dépassent pas 16 mm de largeur. En effet, la fissure transverse détectée dans le cas des LUM0S ne dépasse pas 11 mm de large et pour les LUM090S, la largeur du délaminage visible est inférieure ou égale à 16 mm (Figure 5.1).

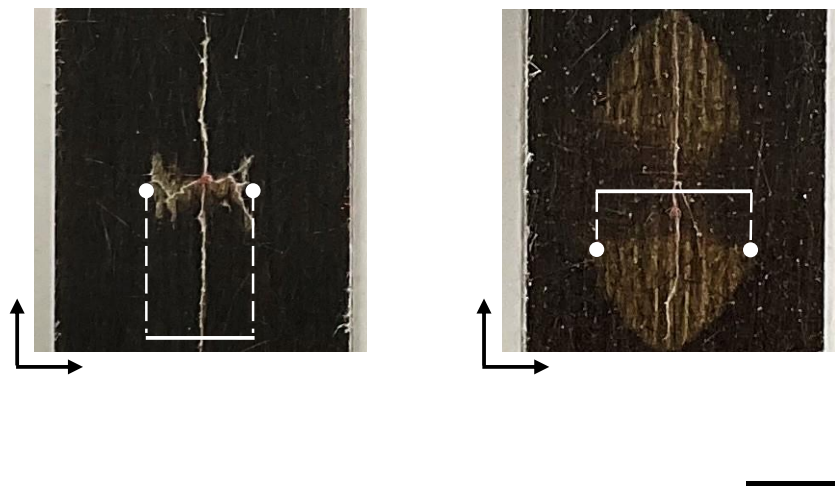


Figure 5.1 – Endommagements visibles sur la face arrière des éprouvettes lin/époxy standards dus à un impact de 5J.

En se basant sur les images faites par microtomographie (Figure 5.2), on peut mesurer la longueur des endommagements internes dus à l'impact de 5J. Aucune fissure ou délaminage ne dépasse 22 mm dans la direction transverse aux fibres à 0°. Grâce à leur transparence, une simple inspection visuelle a permis de vérifier que, pour le cas des éprouvettes verre/époxy, les endommagements se développent selon la largeur sur 21 mm des VUD0 et sur 15 mm des VUD090 (Figure 5.3). Finalement et en tenant compte de la taille des dommages, la largeur choisie pour les éprouvettes post-impact fut fixée à 30 mm.

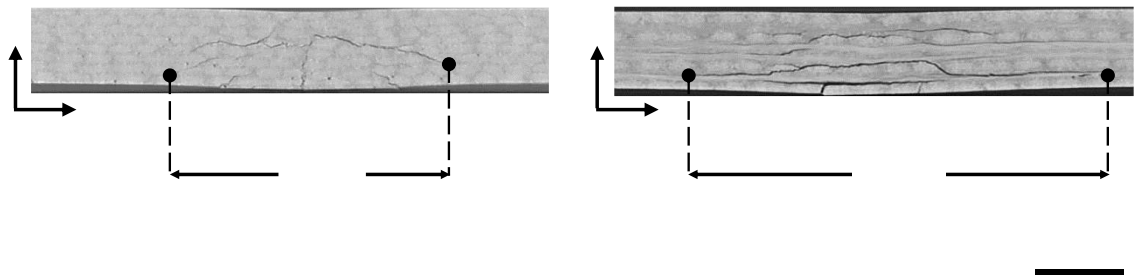


Figure 5.2 – Images par microtomographie, dans le plan (Y-Z), d'éprouvettes lin/époxy impactées à 5J.

Verre/époxy

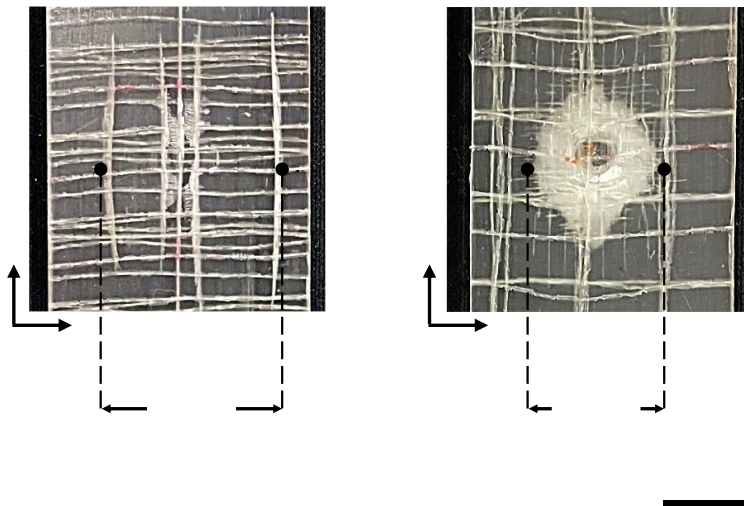


Figure 5.3 – Endommagements visibles par transparence sur les éprouvettes verre/époxy après un impact de 5J.

5.1.2 Courbes de traction après impact

Des lots d'échantillons découpés dans les plaques impactées à 5J ont été testés en traction quasi-statique jusqu'à la rupture. La Figure 5.4 compare des courbes contrainte-déformation obtenues dans le cas des matériaux non-impactés (traits en pointillés) et impactés à 5J (traits pleins). On constate que les propriétés en traction des biocomposites sont influencées par l'impact à 5J, contrairement au cas des composites verre/époxy étudiés. Pour les deux empilements considérés, les valeurs des contraintes et déformations à la rupture pour les lin/époxy impactés sont inférieures à celles des non impactés. Cependant et globalement, on retrouve la même forme de courbes maitresses de traction. Quant aux verre/époxy, les courbes obtenues avant et après impact sont quasiment superposées (Figure 5.4b).

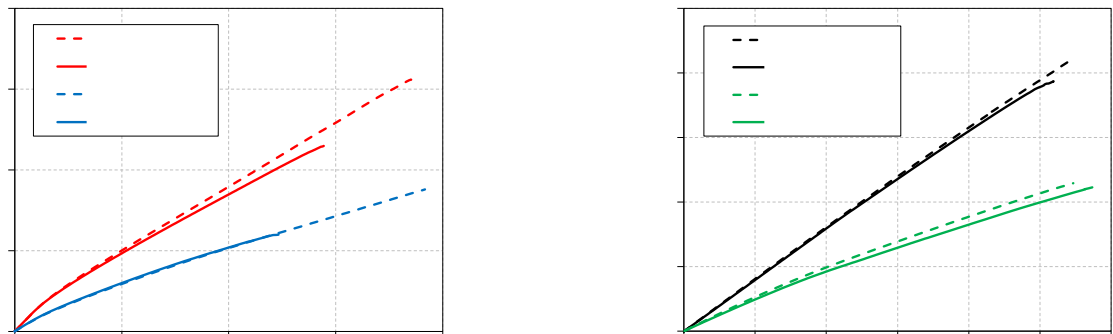


Figure 5.4 – Courbes contrainte-déformation des essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes non-impactées (traits en pointillés) et impactées à 5J (traits pleins) : (a) LUM0S (en rouge) et LUM090S (en bleu), (b) VUD0 (en noir) et VUD090 (en vert)

5.1.3 Contrainte à la rupture

Les contraintes à rupture résiduelles des éprouvettes impactées à 5J sont présentées sur la Figure 5.5 et comparées aux contraintes à rupture des éprouvettes non-impactées. Pour les deux séquences d'empilement de lin/époxy étudiées, la contrainte à rupture en traction après impact à 5J est réduite d'environ 26,5% par rapport à celle des éprouvettes non-impactées. Pour comparaison, Habibi et al. [Habibi et al. 2019b] avaient trouvé qu'un impact de 5J entraînait une chute de la contrainte à rupture de 41% pour un composite unidirectionnel de type lin UD-mat/époxy. Cette différence

peut être expliquée par la plus faible épaisseur des éprouvettes dans leur étude (2,95 mm) et par l'utilisation d'un impacteur conique ayant un angle d'ouverture de 15°, ce qui mène à des endommagements plus sévères.

Pour les composites verre/époxy, la contrainte résiduelle ne varie pas de façon significative après impact à 5J étant donnés les écarts-types obtenus. Les résultats moyens donnent des diminutions de 8% pour les VUD0 et de 1% pour les VUD090. Cette différence de comportement entre les composites lin/époxy et verre/époxy est en accord avec les conclusions du Chapitre 3. À 5J, la dissipation d'énergie dans les composites lin/époxy est plus élevée que dans les composites verre/époxy, et les déplacements permanents des éprouvettes lin/époxy sont supérieurs à ceux du verre/époxy. De plus, les éprouvettes VUD0 ne présentent pas de ruptures de fibres, contrairement au cas des LUM0S. Enfin, dans le cas des VUD090, la zone endommagée est plus localisée que pour les LUM090S (Figure 3.10 du Chapitre 3). Il est alors possible de dire que, pour les composites verre/époxy, une énergie de 5J n'endommage pas suffisamment les échantillons pour dégrader significativement leur résistance en traction.

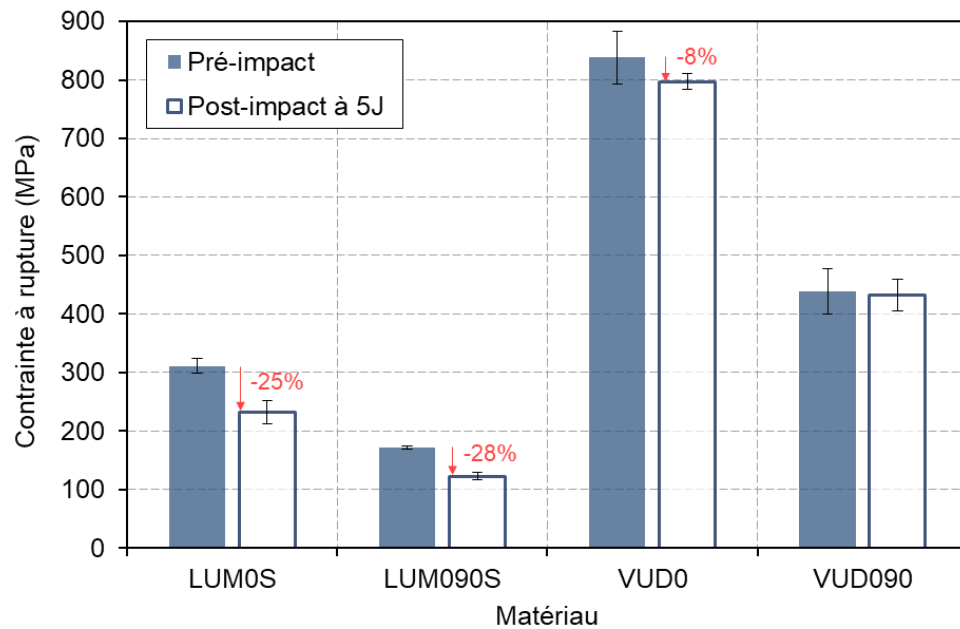


Figure 5.5 – Comparaison des contraintes à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2s}$, avant et après impact à 5J.

5.1.4 Module élastique

La Figure 5.6 montre les valeurs du module d'élasticité des éprouvettes pré et post impact. On observe que pour les éprouvettes lin/époxy, le module d'élasticité après impact à 5J est comparable à celui des éprouvettes non-impactées (+3% pour les LUM0S et +5% pour les LUM090S). De même, pour le verre/époxy de type $[0]_8$, le module d'élasticité post-impact ne diffère pas de celui des éprouvettes non-impactées. Seules les éprouvettes verre/époxy de type $[0/90]_{2S}$ présentent une réduction, faible mais significative, de 11%. Cela est peut-être dû au fait que la surface totale du délaminage central créé par l'impact est notable dans les VUD090 (Fig. 5.3).

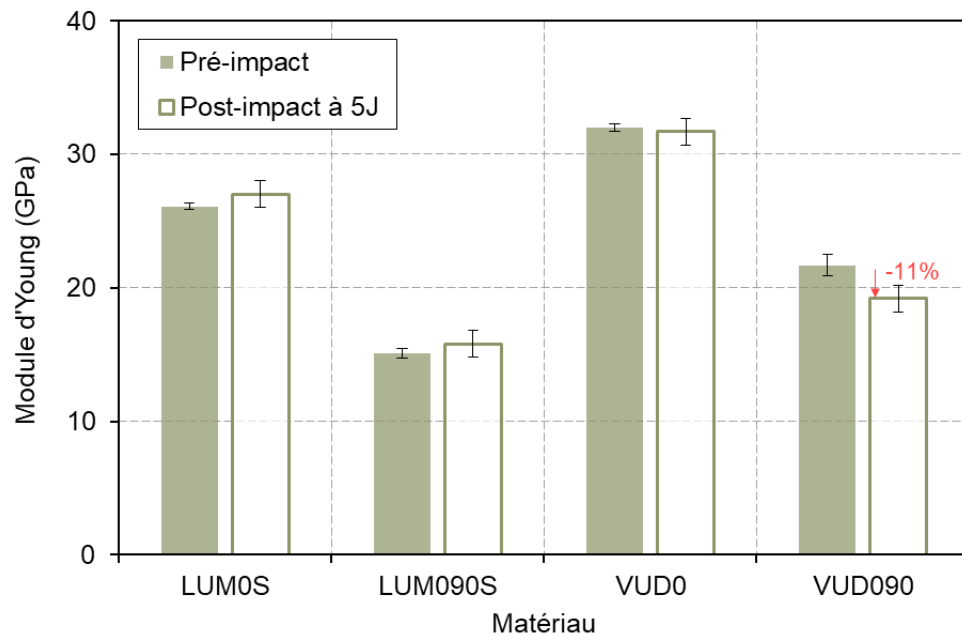


Figure 5.6 – Comparaison des modules d'élasticité en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant et après impact à 5J.

5.1.5 Déformation à la rupture

La Figure 5.7 présente les valeurs des déformations à la rupture en traction pré et post-impact pour tous les matériaux étudiés. Pour les deux configurations de biocomposites impactés, une baisse significative de la déformation à la rupture est constatée : elle atteint 25% pour les LUM0S et 32% pour les LUM090S. Cette chute est beaucoup plus élevée que celle observée pour les VUD0 (8%) qui reste en moyenne très proche de la limite inférieure de celle des éprouvettes non-impactées. Pour les VUD090, les essais de traction post-impact montrent une augmentation de 8% de la

déformation à la rupture. Ce résultat est à relier à la diminution après impact de 11% du module d'élasticité des VUD090 (Figure 5.6), ce qui a possiblement rendu ce matériau légèrement plus souple.

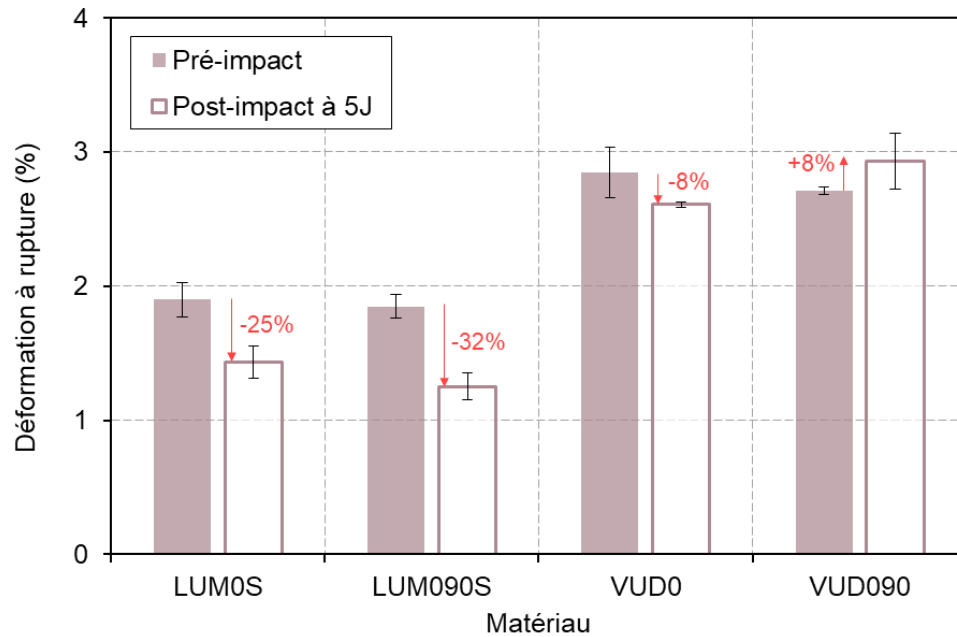


Figure 5.7 – Comparaison des déformations à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant et après impact à 5J.

L'ensemble des valeurs obtenues en traction sur les éprouvettes impactées est présenté au Tableau 5.1. Afin de différencier les propriétés mécaniques des éprouvettes impactées des non-impactées, un indice « 5J » a été ajouté.

Tableau 5.1 – Propriétés mécaniques issus des essais de traction quasi-statique après impact à 5J.

	LUM0S	LUM090S	VUD0	VUD090
E_{5J} (GPa)	$27,0 \pm 0,6$	$15,8 \pm 0,3$	$31,7 \pm 0,3$	$19,2 \pm 0,8$
$\sigma_{R,5J}$ (MPa)	232 ± 20	123 ± 6	797 ± 14	432 ± 27
$\varepsilon_{R,5J}$ (%)	$1,43 \pm 0,12$	$1,25 \pm 0,10$	$2,61 \pm 0,02$	$2,93 \pm 0,21$

5.1.6 Rupture en traction

Lin/époxy

La rupture finale des éprouvettes testées en traction se situe dans la zone préalablement endommagée par les essais d'impact, comme montré à la Figure 5.8. Sur la face impactée (frontale), le LUM0S montre une rupture qui traverse l'éprouvette sur sa largeur (rupture des fibres), perpendiculairement à la direction de chargement en passant par la zone impactée (Figure 5.8a).

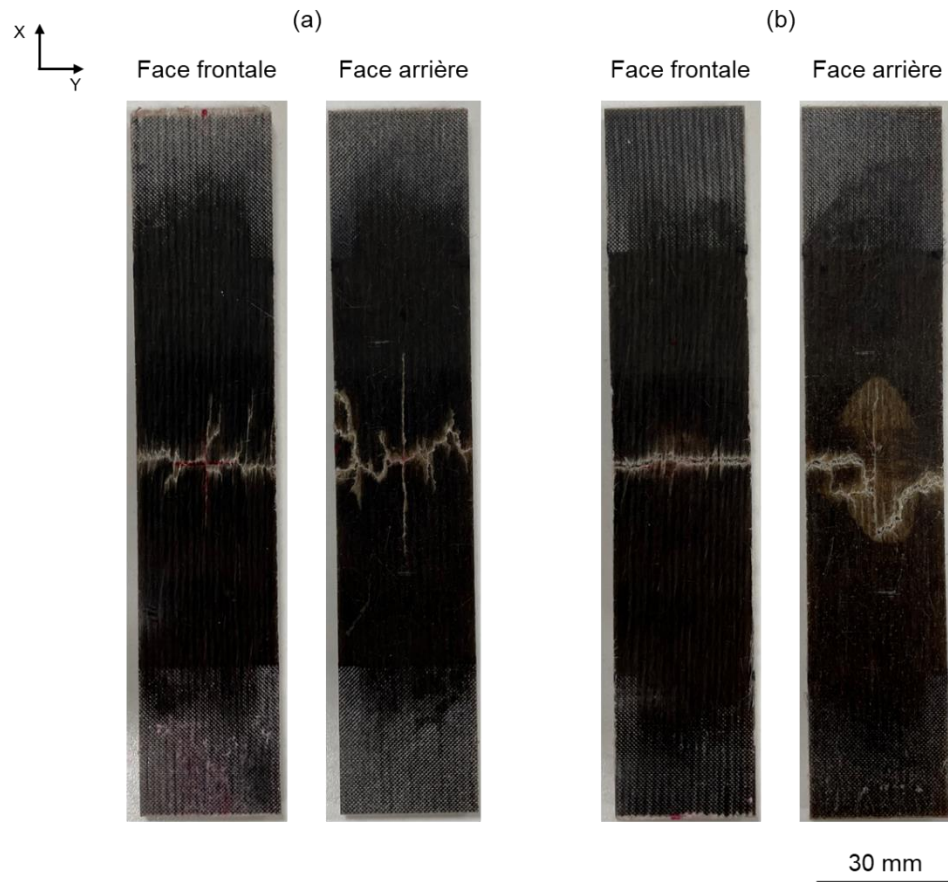


Figure 5.8 – Éprouvettes rompues en traction quasi-statique post-impact à 5J pour les stratifiés lin/époxy : (a) LUM0S et (b) LUM090S.

Les fissures matricielles détectées s'étalent de part et d'autre de la zone fracturée. Sur la face arrière, la rupture suit également l'endommagement induit initialement par l'impact. Sur la face impactée des LUM090S, la rupture est orientée perpendiculairement à la direction de sollicitation en traction, avec une rupture des fibres des plis à 0° et des fissures longitudinales moins longues

que dans le cas des LUM0S (Figure 5.8b). Sur la face arrière des LUM090S, la rupture se fait plutôt en escaliers s'est aussi produite dans la zone endommagée préalablement par l'impact.

Verre/époxy

La Figure 5.9 montre les éprouvettes rompues en traction quasi-statique post-impact à 5J pour les stratifiés de verre/époxy. Le VUD0 impacté montre, comme dans le cas du VUD0 non-impacté, une rupture en écharde qui traverse l'éprouvette sur sa longueur et des ruptures de fibres (Figure 5.9a). Le VUD090 présente une rupture dans la zone impactée dans un plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation avec un front de rupture entouré par des zones blanchâtres dues aux décohésions fibre-matrice (Figure 5.9b).

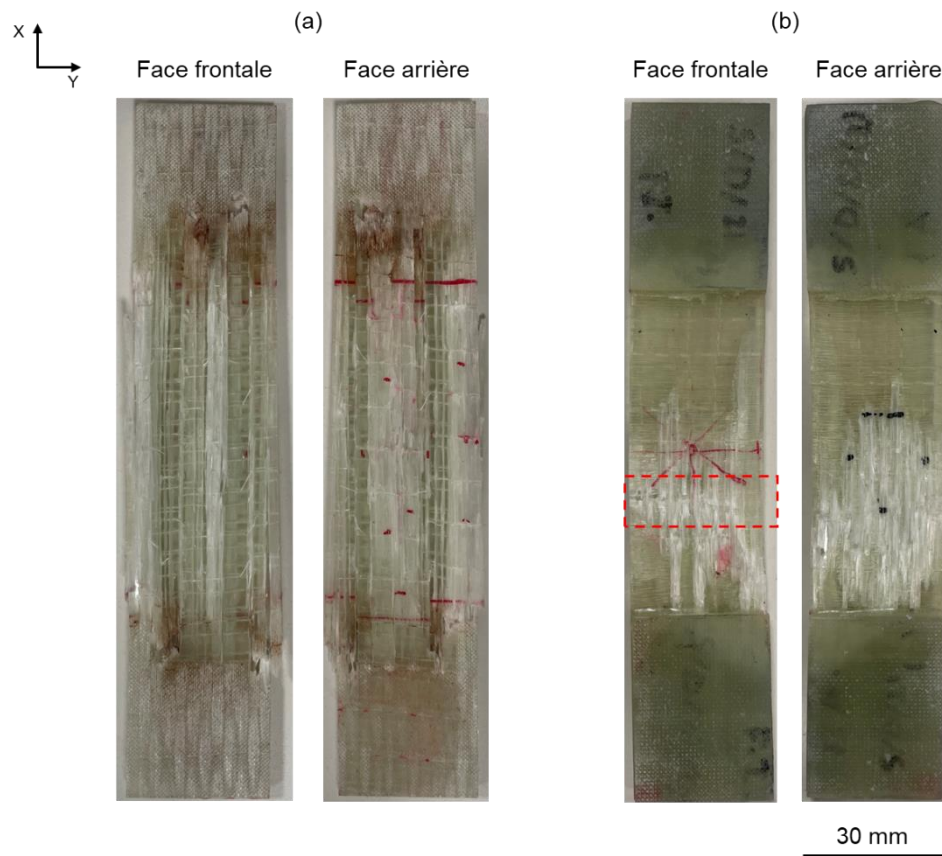


Figure 5.9 – Éprouvettes rompues en traction quasi-statique post-impact à 5J pour les stratifiés de verre/époxy : (a) VUD0 et (b) VUD090.

5.2 Durée de vie en fatigue post-impact

Pour chaque type d'éprouvette, trois essais de fatigue ont été réalisés sur trois niveaux de charge. Ce qui fait un total de neuf éprouvettes impactées testées en fatigue par configuration.

5.2.1 Niveaux de contraintes

Tous les matériaux de cette étude ont été testés en fatigue aux mêmes valeurs de ratio de contrainte : à 40%, 60% et 80% de la contrainte à la rupture en traction quasi-statique post-impact ($\sigma_{R,5J}$) de la configuration correspondante. L'ensemble des valeurs de contrainte maximale appliquées est présenté dans le Tableau 5.2.

Tableau 5.2 – Contraintes maximales appliquées au cours des essais de fatigue (traction-traction) post-impact.

$\sigma_{max,5J}$ (MPa)	LUM0S	LUM090S	VUD0	VUD090
40% $\sigma_{R,5J}$ (MPa)	93	49	319	173
60% $\sigma_{R,5J}$ (MPa)	139	74	478	259
80% $\sigma_{R,5J}$ (MPa)	186	98	638	346

5.2.2 Courbes S-N

Le Tableau 5.3 présente, pour les quatre types d'éprouvettes impactées, le nombre moyen de cycles (colonne 4) à la rupture ainsi que les limites inférieures et supérieures (colonnes 5 et 6) du nombre de cycles à la rupture obtenus pour chaque niveau de charge ($\sigma_{max} / \sigma_{R,5J}$) appliqué au cours des essais de fatigue. La 3^{ème} colonne du Tableau 5.3 indique le ratio de la contrainte maximale en fatigue de l'éprouvette impactée par rapport à la contrainte à la rupture σ_R d'une éprouvette non-impactée. Par exemple, pour les UD de lin/époxy, en appliquant une contrainte de 80% $\sigma_{R,5J} = 186$ MPa, c'est comme si nous appliquions une contrainte de 60% σ_R à une éprouvette initialement saine. Comme dans le Tableau 4.2 du Chapitre 4, pour les résultats des essais à 40% $\sigma_{R,5J}$, la lettre 'x' signifie que certaines éprouvettes n'ont pas rompu à 10^6 cycles, ce qui signifie que la véritable valeur moyenne de N_f devrait être supérieure à celle présentée dans ce tableau. Dans le cas des

VUD090, une seule éprouvette a rompu avant 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$. En revanche, pour les trois autres configurations, les trois éprouvettes testées à $40\% \sigma_{R,5J}$ n'ont pas rompu à 10^6 cycles.

Tableau 5.3 – Valeur moyenne, limite inférieure et limite supérieure du nombre de cycles à la rupture des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy testées en fatigue (traction-traction) post-impact à 5J.

Matériau	$\sigma_{max}/\sigma_{R,5J}$	σ_{max}/σ_R	N_f	$Inf(N_f)$	$Sup(N_f)$
LUM0S	80%	60%	4 876	1 808	15 548
	60%	45%	152 175	55 838	300 745
	40%	30%	$1\ 000\ 000 + x$	–	–
LUM090S	80%	58%	7 088	2 622	15 132
	60%	43%	229 546	145 545	258 821
	40%	29%	$1\ 000\ 000 + x$	–	–
VUD0	80%	76%	764	496	1098
	60%	57%	28 732	7 650	47 829
	40%	38%	$1\ 000\ 000 + x$	–	–
VUD090	80%	79%	760	546	992
	60%	59%	17 559	13 683	21 434
	40%	39%	$913\ 778 + x$	741 335	–

Les diagrammes de Wöhler sont présentés sur la Figure 5.10 avec en ordonnée la contrainte maximale appliquée en fatigue normalisée par la contrainte à la rupture du matériau initialement sain. Les résultats sont représentés par des symboles pleins dans le cas des éprouvettes non-impactées (points expérimentaux présentés dans le Chapitre 4) et par des symboles vides pour les éprouvettes impactées. Des flèches vers la droite ont été ajoutées pour les éprouvettes non rompues après 10^6 cycles de fatigue.

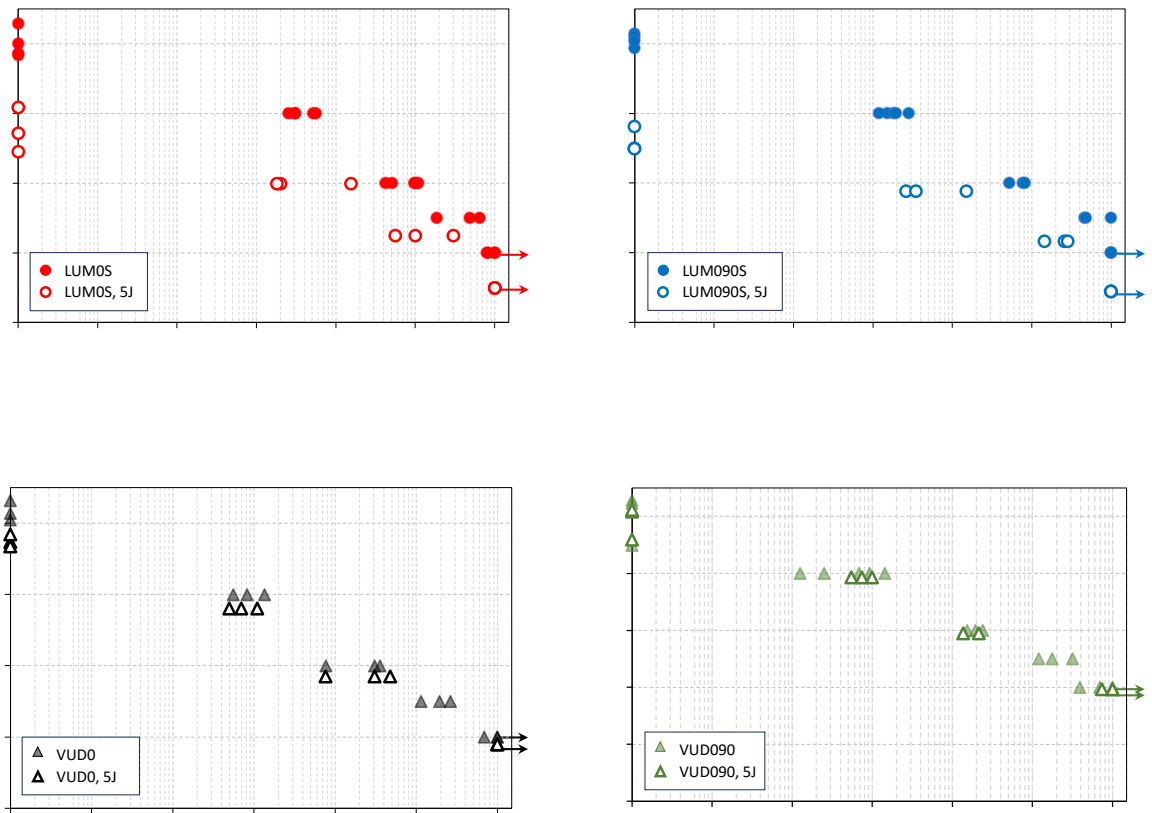


Figure 5.10 – Courbes S-N pour les éprouvettes de composites lin/époxy et verre/époxy non-impactées et impactées à 5J, avec en ordonnée la contrainte maximale appliquée en fatigue normée par la contrainte à rupture du matériau initialement sain. a) LUM0S, b) LUM090S, c) VUD0 et d) VUD090.

Lin/époxy

Les Figures 5.10a et b montrent que, pour les composites lin/époxy, la dispersion sur la durée de vie des éprouvettes impactées est plus prononcée que celle des éprouvettes non impactées, surtout pour le plus haut niveau de charge en fatigue (80% $\sigma_{R,5J}$). Cela s'explique par le fait que, à la dispersion des essais de fatigue s'ajoute la dispersion des essais d'impact, c'est-à-dire des endommagements créés par l'impact au sein du matériau. Comme attendu, on observe que pour une même contrainte appliquée, le nombre de cycles à la rupture en fatigue atteint par les éprouvettes impactées est inférieur à celui des éprouvettes non-impactées, quelle que soit la séquence d'empilement considérée. Pour aller plus loin dans la comparaison, le modèle de Wöhler a été appliqué aux courbes S-N des composites lin/époxy après impact. La Figure 5.11 présente

les droites correspondant au modèle, en comparaison avec les résultats du Chapitre 4 sur les lin/époxy non impactés. Les valeurs des paramètres du modèle sont réunies dans le Tableau 5.4.

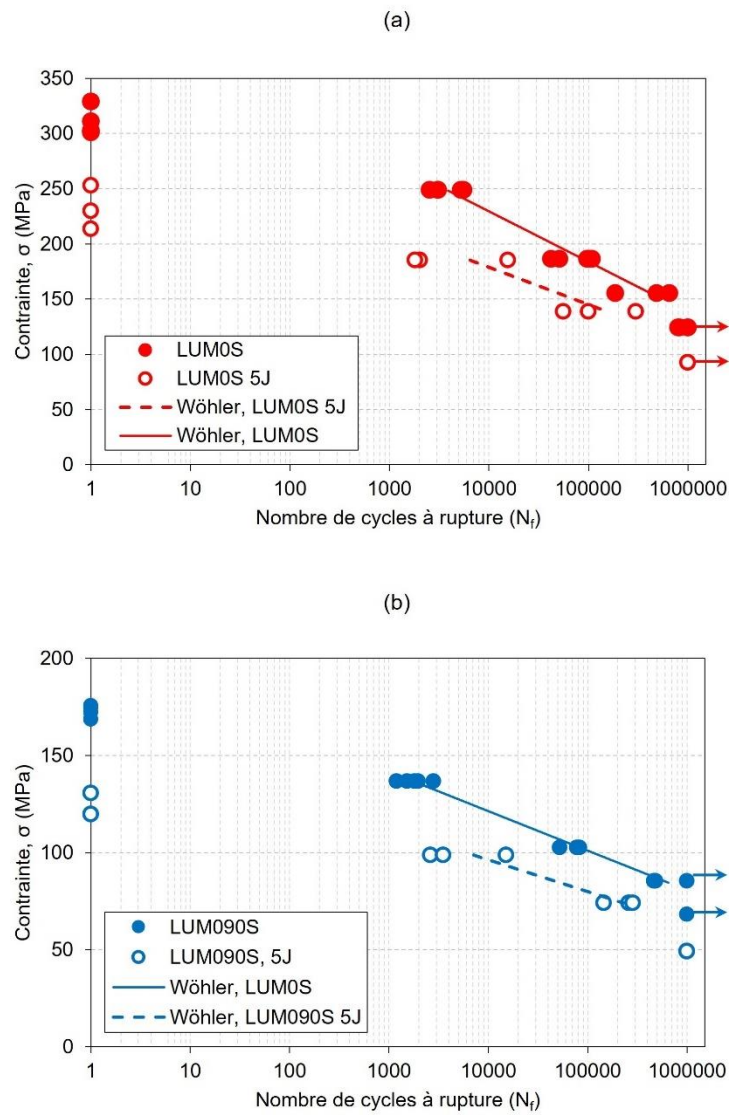


Figure 5.11 – Courbes S-N expérimentales et modèle de Wöhler pour les éprouvettes de composites lin/époxy non-impactées et impactées à 5J : a) LUM0S, b) LUM090S.

Tableau 5.4 – Paramètres du modèle de Wöhler déterminés pour les éprouvettes de composites lin/époxy impactées à 5J et comparaison avec les non-impactées.

Paramètres	LUM0S, 5J	LUM0S, saine	LUM090S, 5J	LUM090S, saine
A (MPa)	314	403	162	202
B (MPa/décade)	-34	-44	-16	-20

Les résultats montrent qu’après un impact à 5J, le coefficient B conserve le même ordre de grandeur, ce qui signifie que la résistance à la fatigue des éprouvettes de lin/époxy impactées est comparable à leurs homologues saines.

Ce qui permet de dire aussi que pour ces matériaux, il sera possible de déduire leur durée de vie en fatigue en connaissant le comportement en fatigue des éprouvettes saines et la nouvelle contrainte à rupture du matériau impacté. Ce résultat a été rapporté dans la littérature par Yuanjian et Isaac [Yuanjian and Isaac 2007; Yuanjian and Isaac 2008] et Cuynet [Cuynet 2018].

Verre/époxy

Pour les composites à fibres synthétiques, les Figures 5.10c et d montrent que les diagrammes de Wöhler des éprouvettes avant ou après impact sont quasiment superposés. La durée de vie en fatigue de ces éprouvettes n’est donc pas influencée par l’impact de 5J, malgré la création de dommages lors de l’impact (Figure 5.3). Cela s’explique par le fait qu’en fatigue de type traction-traction, les délaminages ne peuvent pas provoquer de flambement, contrairement aux tests subissant de la compression [Bogenfeld and Gorsky 2021].

5.2.3 Applicabilité du modèle phénoménologique

La possibilité d’adapter le modèle d’Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi and Clausen 2003] pour prédire la durée de vie des éprouvettes impactées est analysée dans cette partie. Ce modèle phénoménologique a été identifié au Chapitre 4, les deux paramètres matériau α et β ayant été déterminés pour les éprouvettes non-impactées. La question est de savoir s’il est possible de

prédire les courbes de Wöhler des éprouvettes impactées à partir des paramètres α et β obtenus pour les non-impactées.

Pour vérifier cela, l'équation du modèle permettant de calculer le nombre de cycles à la rupture en fatigue a été modifiée en remplaçant la contrainte à la rupture en traction quasistatique des éprouvettes non-impactées par celle des éprouvettes impactées, tous les autres paramètres restants inchangés (Equation 5.1) :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{R,5J}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{R,5J}}{\sigma_{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad (\text{Eq. 5.1})$$

Les valeurs des paramètres α et β sont celles déterminées pour les éprouvettes non impactées (Tableau 4.5). Les courbes S-N prédites par le modèle pour les éprouvettes impactées sont présentées dans la Figure 5.12 et comparées aux points expérimentaux. Les courbes pour les éprouvettes non-impactées ont été ajoutées à des fins de comparaison. Les résultats montrent que le modèle phénoménologique d'Epaarachchi et Clausen prédit bien les courbes de Wöhler des éprouvettes impactées dans le cas des LUM0S, VUD0 et VUD090. Par contre, pour les LUM090S impactées, le modèle sous-estime légèrement la véritable tenue en fatigue de ce composite. Le modèle n'est donc pas parfaitement adapté dans ce cas. Il est cependant préférable, dans un objectif de conception de structures, qu'il sous-estime les durées de vie plutôt que de les surestimer, ce qui pourrait conduire à des ruptures précoces inopinées.

Ces résultats montrent qu'il est possible avec ce modèle, en connaissant la contrainte à la rupture en traction des éprouvettes impactées et les paramètres α et β identifiés sur les éprouvettes non impactées, de prévoir la tenue en fatigue de ces matériaux. Cette constatation est très intéressante car cela permet d'envisager de réduire le nombre d'essais de fatigue, qui sont chronophages et onéreux.

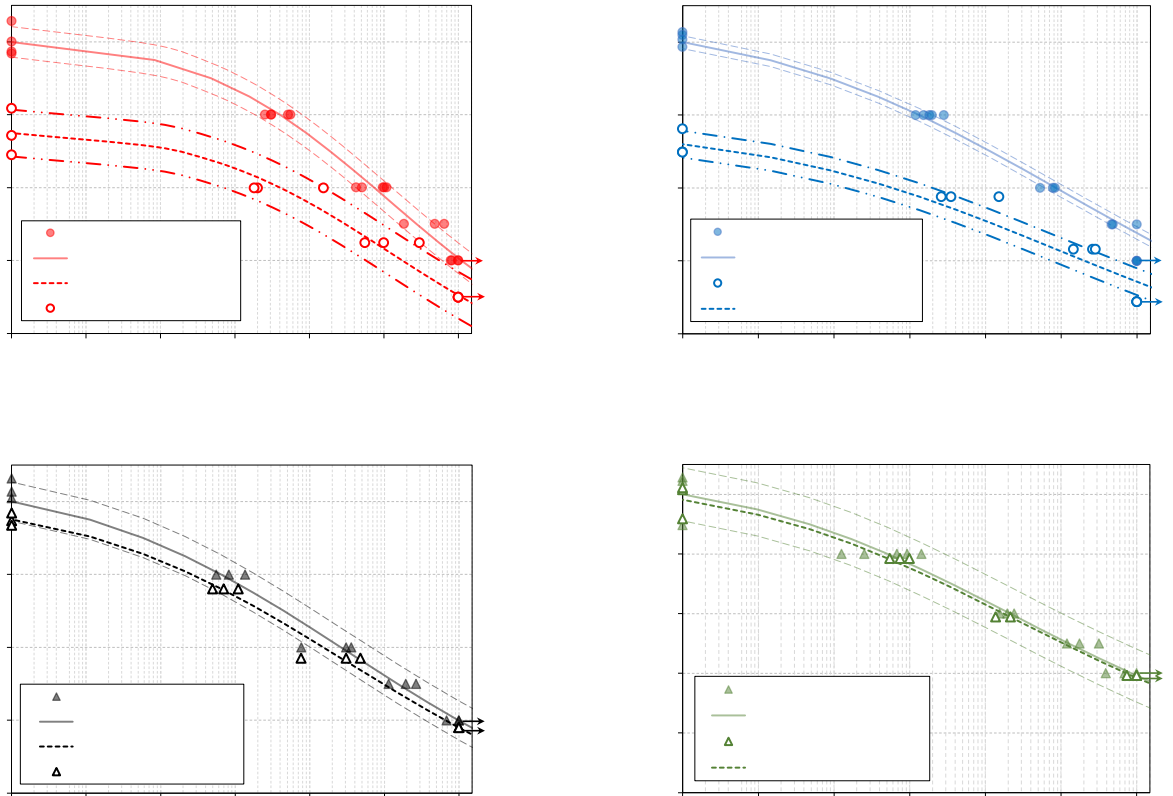


Figure 5.12 – Courbes S-N avec comparaison des essais expérimentaux et du modèle phénoménologique pour les éprouvettes lin/époxy et verre/époxy non-impactées et impactées à 5J.

5.3 Evolution des propriétés mécaniques au cours de la fatigue

Dans ce qui suit, les courbes moyennes des mesures des grandeurs mécaniques effectuées sur plusieurs éprouvettes pendant les essais de fatigue sont présentées pour les trois niveaux de chargement choisis pour chaque configuration : 40%, 60% et 80% de $\sigma_{R,5J}$. À noter que, pour le cas des essais de fatigue à 40% $\sigma_{R,5J}$, des flèches sont ajoutées lorsque l'éprouvette n'a pas rompu. Dans le cas du composite verre/époxy [0/90]_{2S} où une seule éprouvette a rompu avant 10^6 cycles pour les essais de fatigue à 40% $\sigma_{R,5J}$, les courbes présentées ne sont pas des moyennes mais correspondent à cet essai.

5.3.1 Déformations maximale et minimale

L'évolution des déformations maximale et minimale en fonction de la fraction de la durée de vie en fatigue (N/N_f) pour chaque type de stratifié et chaque niveau de fatigue est présentée dans la Figure 5.13. Comme dans le cas des éprouvettes non-impactées, on constate que les déformations maximale et minimale ont des tendances similaires, avec naturellement des valeurs plus faibles pour les déformations minimales. De plus et dans tous les cas, les déformations augmentent avec le niveau de chargement appliqué (à la dispersion près). La Figure 5.13 montre également que les déformations maximales du verre/époxy, pour un niveau de chargement donné, demeurent supérieures à celles du lin/époxy, les contraintes appliquées lors des essais de fatigue étant plus élevées. En outre, l'ordre de grandeur des déformations, maximale et minimale, atteint par les composites à renfort de verre reste identique à celui des éprouvettes verre/époxy non-impactées (voir la Figure 4.11c et d). On constate aussi qu'après impact, les niveaux de déformations maximale et minimale sont réduits pour les deux empilements du composite lin/époxy (comparer la Figure 5.13 avec la Figure 4.11a et b). Cela s'explique par le fait que les contraintes appliquées lors des essais de fatigue sur les éprouvettes impactées sont inférieures à celles appliquées aux éprouvettes non-impactées. Cependant et dans tous les cas, on retrouve une évolution des déformations en trois étapes comme décrite au Chapitre 4.

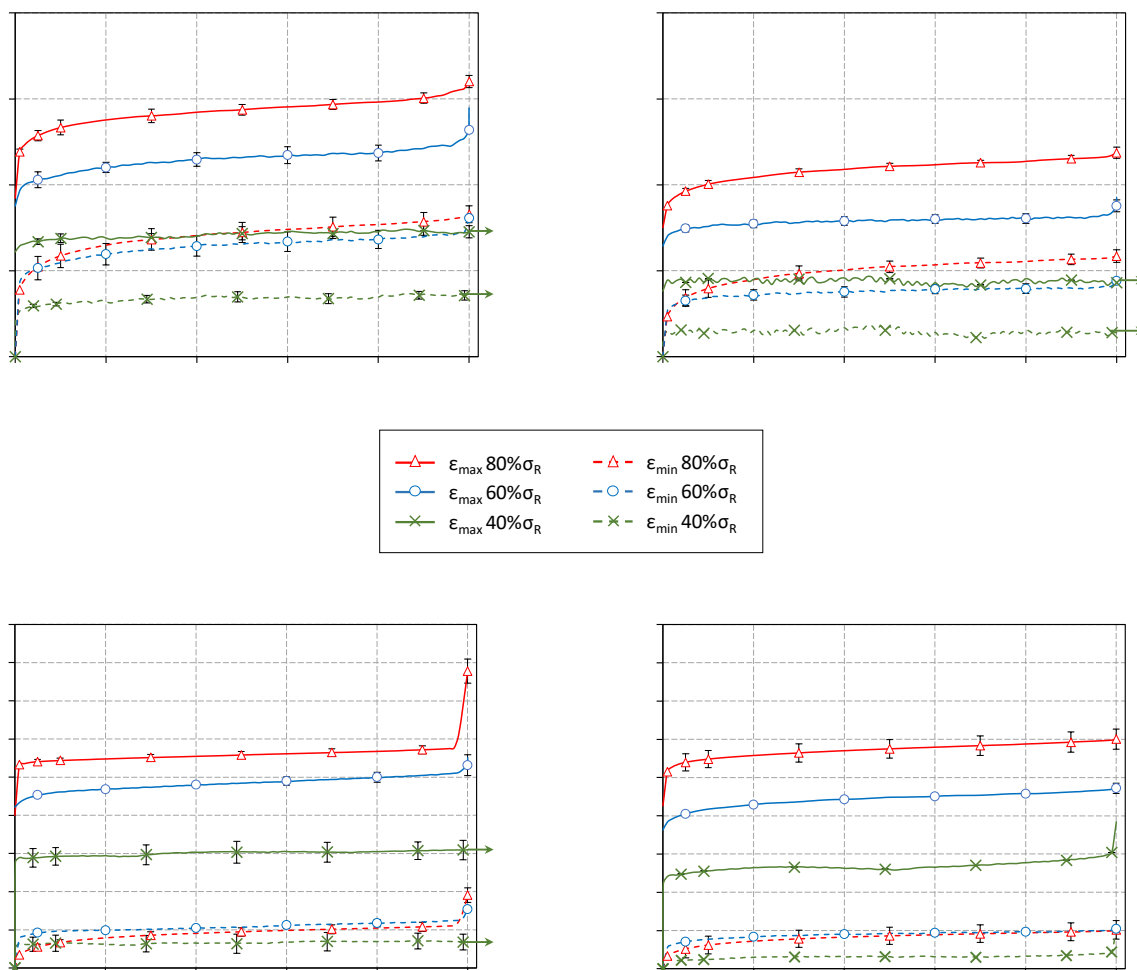


Figure 5.13 – Evolution de la déformation maximale (traits pleins), et de la déformation minimale (traits pointillés) en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes impactées à 5J de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.

5.3.2 Module sécant

L'évolution du module sécant normalisé par sa valeur initiale en fonction de la fraction de la durée de vie en fatigue, pour chaque stratifié et chaque niveau de fatigue ($40\%\sigma_{R,5J}$, $60\%\sigma_{R,5J}$ et $80\%\sigma_{R,5J}$) est présentée dans la Figure 5.14. En ce qui concerne les composites verre/époxy, on constate sur les Figures 5.14c et d que l'évolution du module sécant est similaire à celle obtenue pour les éprouvettes non impactées (Figure 4.12).

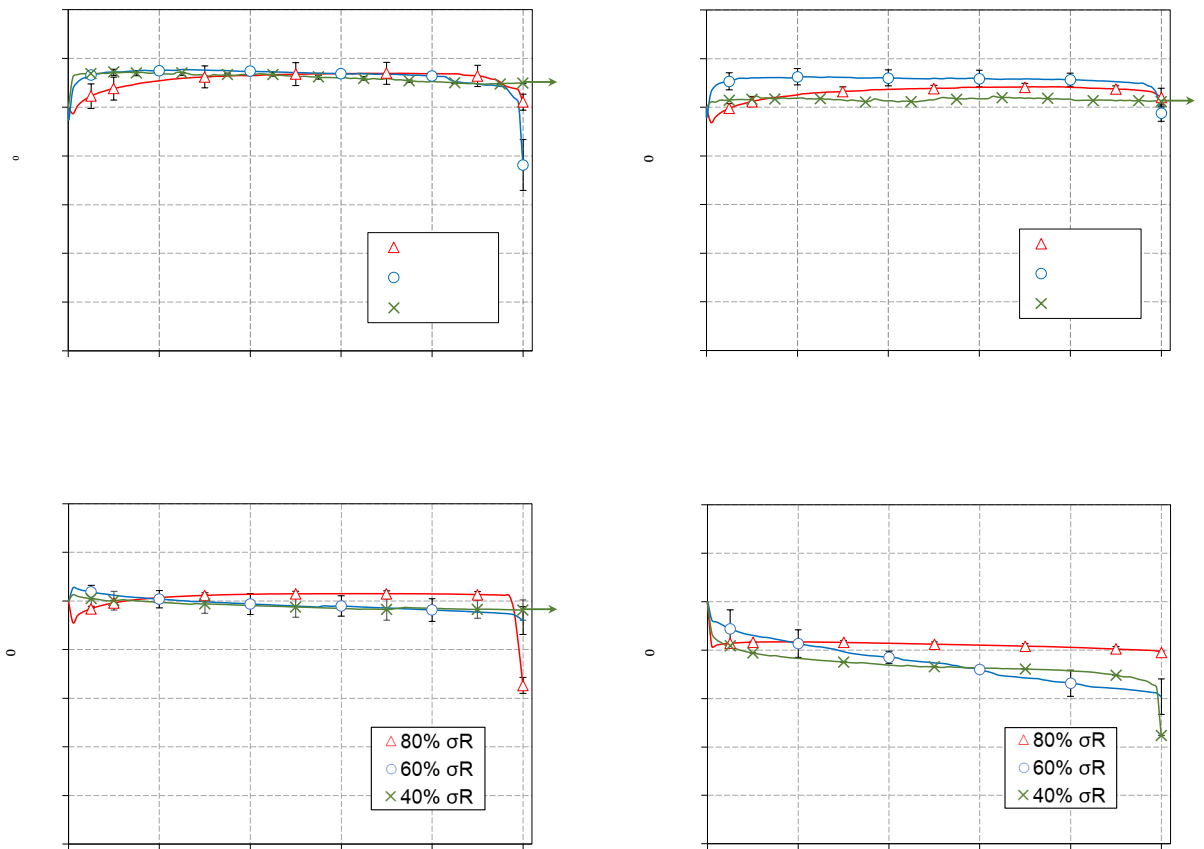


Figure 5.14 – Evolution du module sécant en fonction de la fraction de la durée de vie des éprouvettes impactées à 5J de : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090

Pour les éprouvettes lin/époxy (Figure 5.14a et b), les courbes obtenues sont légèrement différentes de celles des éprouvettes non impactées (Figure 4.12a et b). Le phénomène de rigidification est sensiblement atténué :

- pour 40% de $\sigma_{R,5J}$: la rigidification atteint rapidement 7% pour les LUM0S puis décroît lentement pour atteindre les 5% après 10^6 cycles. Dans le cas des LUM090S, la rigidification se stabilise autour de 1 ou 2% jusqu'à l'arrêt de l'essai ;
- pour 60% de $\sigma_{R,5J}$: la rigidification atteint 8% pour les LUM0S et 6% pour les LUM090S, dès le début de l'essai. Puis un plateau de longue durée est détecté jusqu'au déclenchement d'une phase de décroissance du module (à $0,8N_f$ pour le LUM0S et à $0,9N_f$ pour le LUM090S) qui se poursuit jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette ;

- pour 80% de $\sigma_{R,5J}$: la rigidification se poursuit tout au long de l'essai, avant la décroissance finale. Les valeurs maximum atteintes sont de 7% et 4% pour les LUM0S et les LUM090S respectivement.

5.4 Suivi de l'endommagement par microtomographie

Un suivi non destructif des endommagements internes a été réalisé par microtomographie lors des essais de fatigue sur des éprouvettes lin/époxy à empilements UD et croisé après impact à 5J. Pour cela, des essais de fatigue interrompus ont été effectués à 60% $\sigma_{R,5J}$. Après chaque interruption, les éprouvettes étaient scannées par le microtomographe UltraTom CT Scanner de l'Institut P'. Ensuite, les essais de fatigue étaient relancés sur les mêmes éprouvettes jusqu'à l'interruption suivante. La Figure 5.15 montre les images obtenues de deux vues dans le plan (Y-Z) des éprouvettes lin/époxy testées en fatigue pour des interruptions à 5% N_f et 24% N_f pour le LUM0S et à 8% N_f et 34% N_f pour le LUM090S. Dans tous les cas, on constate qu'il n'y a pas de création de nouveaux endommagements entre les deux interruptions, mais qu'il y a une nette ouverture des endommagements existants. En effet, les lignes noires, qui correspondent aux délaminages et aux fissures, sont beaucoup plus marquées après la deuxième interruption.

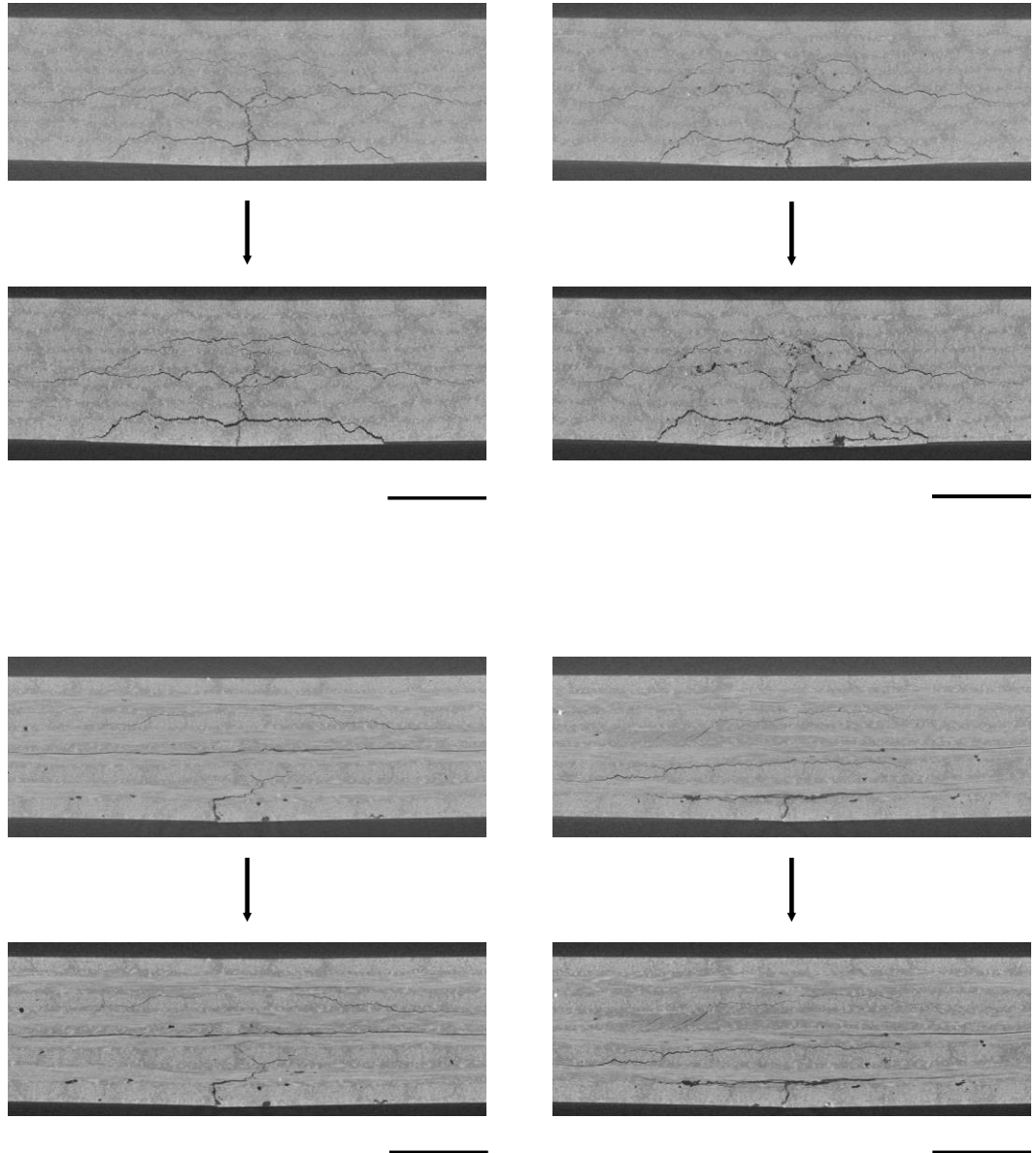
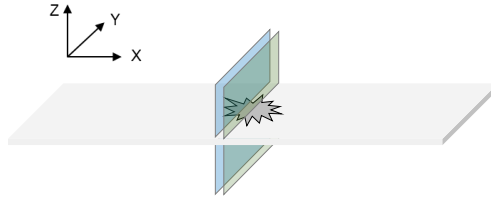


Figure 5.15 – Images par microtomographie dans le plan (Y-Z) d'éprouvettes LUM0S et LUM090S impactées à 5 J, testées en fatigue à 60% $\sigma_{R,5J}$ et interrompues à deux niveaux de fraction de durée de vie.

5.5 Propriétés résiduelles après fatigue

De manière similaire à la section 4.6 du Chapitre 4, les éprouvettes qui n'ont pas rompu en fatigue avant 1 000 000 de cycles pour une contrainte maximale en fatigue égale à $40\% \sigma_{R,5J}$ ont ensuite été soumises à un essai de traction quasi-statique jusqu'à la rupture pour évaluer leurs propriétés résiduelles. Cette section présente les résultats obtenus concernant leur module d'élasticité ainsi que leur résistance et déformation à la rupture.

5.5.1 Courbes de traction avant et après fatigue

Les courbes contrainte-déformation en traction avant et après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$ sont présentées à la Figure 5.16 pour des éprouvettes initialement impactées à 5J.

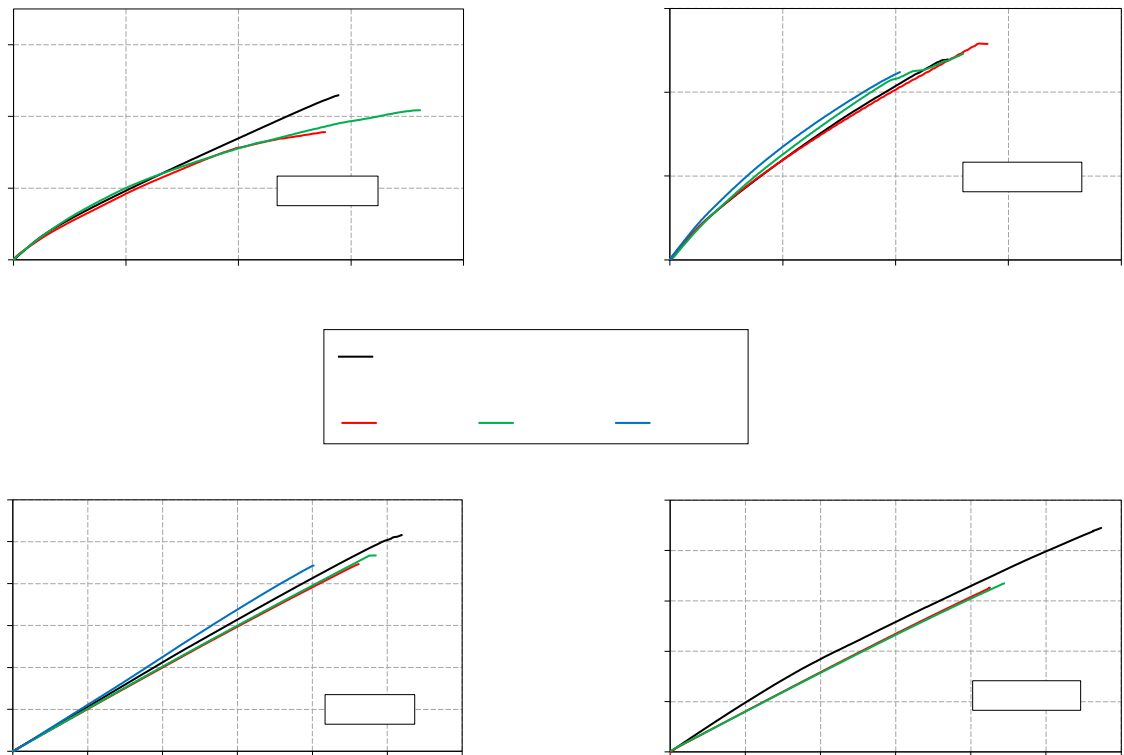


Figure 5.16 – Courbes σ - ε des essais de traction avant fatigue ou après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$ pour les éprouvettes impactées : (a) LUM0S, (b) LUM090S, (c) VUD0 et (d) VUD090.

Tout d'abord, on constate sur la Figure 5.16, que, pour tous les matériaux à l'exception des LUM090S, les éprouvettes ayant subi de la fatigue présentent une réduction de la contrainte et de la déformation à la rupture par rapport aux éprouvettes non fatiguées testées en traction. Pour les éprouvettes LUM0S, on remarque l'apparition d'un comportement fortement non-linéaire après fatigue. En ce qui concerne les VUD090, les deux éprouvettes testées après fatigue montrent un comportement linéaire différent de la partie linéaire initiale des éprouvettes saines testées en traction, mais avec une pente parallèle à la deuxième partie de la courbe de traction sur une éprouvette saine. Ce comportement avait aussi été observé dans le cas des éprouvettes VUD090 non-impactées après 10^6 cycles de fatigue (Figure 4.17). C'est comme si la première partie de la courbe (la diminution de pente) s'était produite pendant le test de fatigue, de sorte que le comportement passe donc directement à celui de la deuxième partie de la courbe sans pente initiale plus abrupte.

5.5.2 Contrainte à rupture résiduelle après fatigue

La Figure 5.17 compare les contraintes à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d'empilement avant et après 10^6 cycles de fatigue à 40% de $S_{R,5J}$. Selon l'histogramme, pour tous les matériaux considérés à l'exception des LUM090S, la contrainte résiduelle à la rupture après 10^6 cycles est inférieure à celle des éprouvettes n'ayant subi aucune fatigue. La perte est de 14% pour les LUM0S, 16% pour les VUD0 et 24% pour les VUD090. Pour les LUM090S, les valeurs avant et après fatigue sont similaires. Les biocomposites possèdent donc une meilleure résistance résiduelle en traction que les verre/époxy, ce qui constitue un atout pour ces matériaux. Dans tous les cas, la contrainte résiduelle obtenue est plus élevée que la contrainte maximale appliquée lors des essais de fatigue, ce qui explique la non-rupture de ces éprouvettes lors des essais de fatigue.

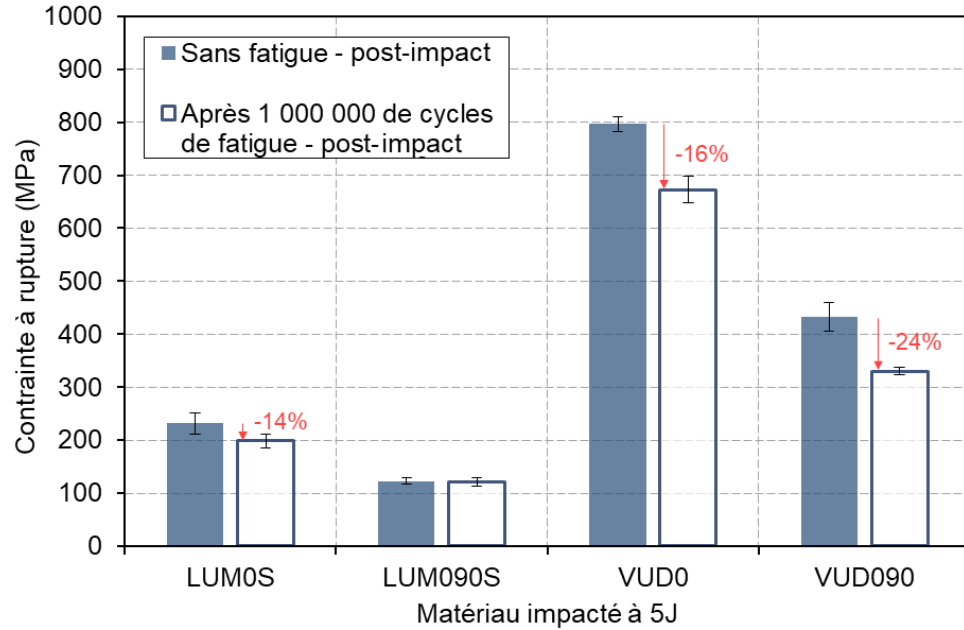


Figure 5.17 – Comparaison des contraintes à rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2s}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$

5.5.3 Module d'Young résiduel après fatigue

La Figure 5.18 présente les variations du module d'élasticité avant et après un million de cycles de fatigue. Pour les stratifiés LUM090S impactées à 5J, le module déterminé après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$ est conservé. Ce résultat est en accord avec l'évolution du module sécant au cours des essais de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$ où le rapport E_N/E_0 à 10^6 cycles était de 1,2% (Figure 5.14b). Cependant, dans le cas du LUM0S, une réduction inattendue de 12% du module pour les éprouvettes fatiguées fut obtenue. Dans le cas des éprouvettes verre/époxy, la Figure 5.18 montre qu'en moyenne le module d'élasticité du VUD0 est conservé. Ce résultat est cohérent avec les courbes d'évolution du module sécant où une diminution négligeable d'environ 2% avait été observée (Figure 5.14e). Pour le VUD090, la chute du module est de 15%. Cette valeur est également en accord avec la forte décroissance du module sécant observée à la Figure 5.14d.

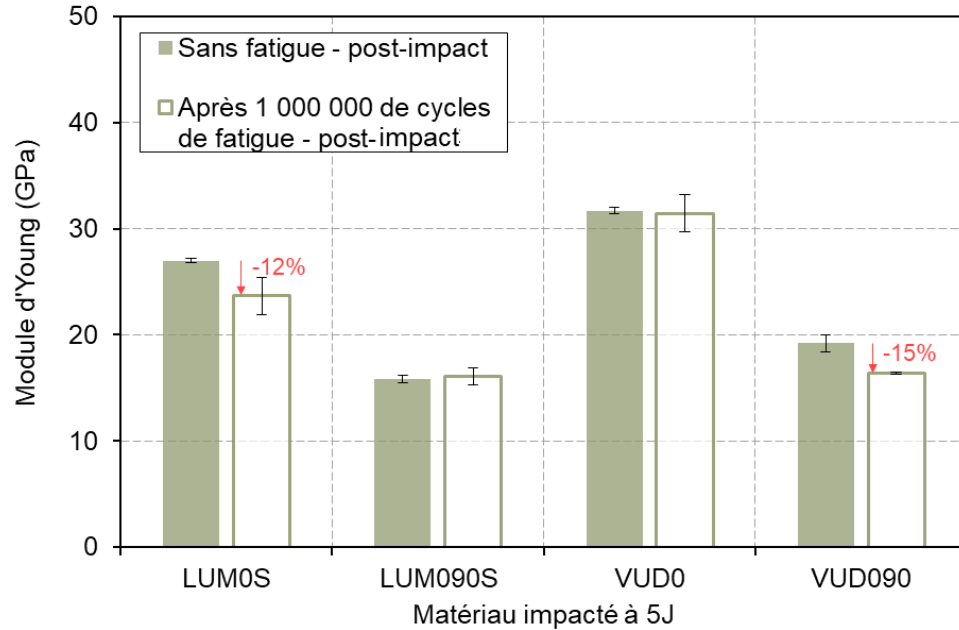


Figure 5.18 – Comparaison des modules élastiques en traction quasi-statique pour les stratifiés de lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d’empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$

5.5.4 Déformation à la rupture résiduelle après fatigue

Les valeurs des déformations à la rupture en traction avant et après fatigue sont présentées pour tous les stratifiés étudiés à la Figure 5.19. Pour le cas du lin/époxy LUM0S, une augmentation de 12% de la déformation moyenne à la rupture est constatée. Etant donné les écarts-types, celle-ci est cependant non-significative. Néanmoins, on notera que cette augmentation est couplée à des diminutions du même ordre de grandeur pour le module d’élasticité (Figure 5.18) et la contrainte à la rupture résiduelle (Figure 5.17). Pour les LUM090S, la déformation à la rupture après un million de cycles demeure inchangée, tout comme la contrainte à la rupture et le module d’élasticité résiduels (Figures 5.17 et 5.18). En ce qui concerne les composites verre/époxy, ils subissent une baisse de la déformation à la rupture en traction après fatigue d’environ 14% pour les VUD0 et 26% pour les VUD090. Là encore, les biocomposites montrent leur supériorité par rapport aux composites à fibres de verre si le cahier des charges exige une déformation à la rupture élevée.

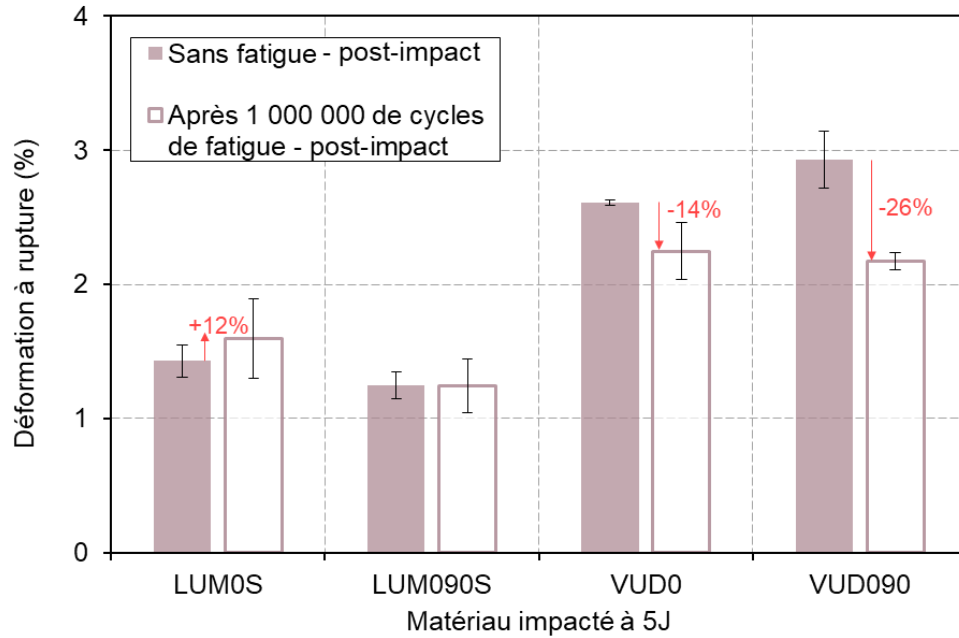


Figure 5.19 – Comparaison des déformations à la rupture en traction quasi-statique pour les stratifiés lin/époxy et verre/époxy impactés pour les deux séquences d'empilement : $[0]_8$ et $[0/90]_{2s}$, avant fatigue et après 10^6 cycles de fatigue à $40\% \sigma_{R,5J}$.

Bilan du Chapitre V

Dans ce chapitre, l'influence d'un impact à basse vitesse de 5J sur le comportement en fatigue de type traction-traction est étudiée pour les stratifiés lin/époxy à fibres courtes non fibrillés et verre/époxy pour deux séquences d'empilement différentes : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$. Trois niveaux de charge en fatigue sont fixés : 40%, 60% et 80% de $\sigma_{R,5J}$.

La détermination des propriétés résiduelles en traction post-impact a permis de montrer que la contrainte à la rupture en traction des composites lin/époxy diminue de 25% pour les $[0]_8$ et de 28% pour les $[0/90]_{2S}$, alors qu'elle reste similaire pour les composites verre/époxy. L'analyse des courbes S-N de fatigue après impact a confirmé que ce niveau d'énergie d'impact a peu d'incidence sur les composites verre/époxy en termes de durée de vie. En effet, les courbes S-N avant et après impact sont quasiment superposées pour les VUD0 et VUD090. Par contre, une baisse de durée de vie notable fut constatée pour les lin/époxy impactés par rapport aux non impactés, avec une résistance à la fatigue comparable à celle des éprouvettes saines.

Il a aussi été montré que le modèle phénoménologique d'Epaarachchi et Clausen peut être utilisé pour prédire la durée de vie des éprouvettes impactées en utilisant simplement les paramètres identifiés sur les éprouvettes non impactées et la contrainte à la rupture en traction après impact. Il faut toutefois garder à l'esprit que le modèle sous-estime légèrement les durées de vie pour le LUM090S.

Les résultats du suivi des déformations minimales et maximales montrent que, pour tous les composites étudiés, on retrouve la même allure de courbes pour les matériaux impactés et non-impactés. Les déformations maximales des stratifiés lin/époxy impactés restent moins élevées que celles des verre/époxy. En ce qui concerne le module sécant, le phénomène de rigidification a toujours lieu pour les biocomposites impactés mais est moins prononcé que dans le cas des non-impactés, tandis qu'une perte de rigidité est toujours constatée dans les verre/époxy.

Les essais de fatigue interrompus sur les composites lin/époxy, avec suivi des endommagements par microtomographie, ont mis en évidence que les endommagements initialement existants au cœur du matériau et dus à l'impact ont tendance à s'ouvrir au cours de l'essai de fatigue, mais il n'a pas été observé de création de nouveaux endommagements.

Les éprouvettes ayant subi un million de cycles de fatigue sans rupture ont été testées en traction jusqu'à la rupture. Les résultats révèlent que tous les matériaux montrent une diminution de leur module d'Young et/ou leur contrainte à la rupture, excepté le stratifié croisé lin/époxy qui conserve

toutes ses propriétés en traction après 10^6 cycles de fatigue à $40\%\sigma_{R,5I}$. Ce qui ouvre des perspectives très intéressantes dans le cadre d'une application industrielle.

Conclusion et perspectives

L'intérêt d'intégrer les fibres végétales, notamment les fibres de lin, comme renfort dans les composites pour des applications industrielles est en plein essor. Les fibres de lin présentent des propriétés spécifiques compétitives par rapport aux fibres de verre, ce qui en fait des candidates potentielles pour remplacer dans la mesure du possible les fibres de verre. Cependant, pour parvenir à une solution qui combine à la fois sécurité, performance et éco-responsabilité, il est nécessaire de comprendre la tenue mécanique des composites à fibres de lin sous conditions réelles, notamment sous sollicitations dynamiques. À ce titre, ce travail s'est intéressé à l'étude du comportement en fatigue avant et après impact de stratifiés lin/époxy fait de couches de renfort de type UD-mat obtenues par un procédé de laboratoire de fabrication du papier. Une comparaison systématique avec des composites à fibres de verre a été réalisée pour se situer par rapport à ces derniers.

D'abord, une étude comparative du comportement à un impact à basse vitesse des composites stratifiés lin/époxy (avec et sans fibrillation de surface des fibres courtes de lin) et verre/époxy a montré des différences significatives entre les deux types de matériaux. Les essais ont été réalisés en considérant deux séquences d'empilement, $[0]_8$ et $[0/90]_{2s}$, et quatre niveaux d'énergie différents : 3J, 5J, 8J et 11J. Le composite verre/époxy atteint des forces maximales plus élevées et présente des déplacements résiduels plus faibles, quelle que soit la séquence d'empilement. Cependant, le composite lin/époxy a montré une capacité d'absorption d'énergie plus élevée que le verre/époxy. Malgré les attentes initiales, les propriétés à l'impact ne semblent pas s'améliorer avec la fibrillation de surface des fibres courtes constituant la couche mat du renfort de lin. La distribution conique des endommagements a été mise en évidence par l'analyse microtomographique des plaques, montrant les différents endommagements dus à l'impact répartis dans l'épaisseur. Les délaminages ont été détectés principalement entre les plis situés en face arrière des éprouvettes. Un modèle macroscopique simplifié par éléments finis d'un impact sur les composites lin/époxy unidirectionnels a ensuite été développé en utilisant les valeurs obtenues en traction quasi-statique avant impact. Bien que certaines valeurs d'endommagement utilisées dans ce modèle soient issues de la littérature et proviennent d'autres types de composites, la forme des endommagements prédits par le modèle s'est avérée très similaire aux observations microtomographiques effectuées.

L'analyse du comportement en fatigue de type traction-traction avant impact pour les composites lin/époxy non-fibrillés et verre/époxy a permis de montrer, à partir des courbes S-N obtenues, une

meilleure résistance en fatigue des stratifiés lin/époxy comparée à celle des verre/époxy. Cela fut constaté pour les deux séquences d'empilement considérées : $[0]_8$ et $[0/90]_{2S}$. Ensuite, il a été validé que le modèle phénoménologique d'Epaarachchi et Clausen permet de reproduire avec succès les courbes S-N des quatre stratifiés lin/époxy et verre/époxy étudiés. L'enregistrement des boucles d'hystérésis pendant les essais de fatigue a permis de montrer que les déformations minimales et maximales ont tendance à augmenter au cours des essais. De plus, il a été montré que les composites lin/époxy se rigidifient au cours des essais de fatigue, tandis que le contraire a été constaté pour le verre/époxy. Les déchaussements de fibres et les décohésions fibre/matrice ont été révélés par l'observation au MEB des faciès de rupture des éprouvettes lin/époxy. Les images de microtomographie ont montré, quant à elles, que les endommagements étaient exclusivement localisés dans la zone de rupture. Les éprouvettes non cassées ayant subi un million de cycles de fatigue ont ensuite été soumises à une sollicitation de traction pour évaluer leur comportement résiduel. Bien qu'une chute des contraintes et déformations à la rupture fut constatée, le module d'élasticité après fatigue des éprouvettes lin/époxy est demeuré stable. Ce résultat prometteur marque un avantage des composites lin/époxy par rapport aux composites verre/époxy dont le module tend à diminuer après fatigue.

L'étude de l'influence d'un impact à basse vitesse (de 5J) sur les propriétés mécaniques a débuté par la détermination des propriétés en traction quasi-statique post-impact. Les essais réalisés ont montré une diminution de la contrainte à la rupture en traction des composites lin/époxy de 25% pour les $[0]_8$ et de 28% pour les $[0/90]_{2S}$, tandis qu'elle demeure stable pour les composites verre/époxy. Ces diminutions se sont traduites par une diminution de la durée de vie des composites lin/époxy impactés comparée à celle des non-impactés. Pour le verre/époxy, l'impact de 5J a peu d'effet sur la durée de vie en fatigue. Le modèle phénoménologique d'Epaarachchi et Clausen a aussi montré son efficacité pour prédire la durée de vie des éprouvettes impactées en se basant sur les mêmes paramètres que pour les essais non-impactés et sur la contrainte à rupture en traction post-impact. Les durées de vie du stratifié lin/époxy $[0/90]_{2S}$ sont cependant légèrement sous-estimées par le modèle. Une rigidification des composites lin/époxy a également été observée lors de la fatigue post-impact. Le phénomène est cependant moins prononcé que pour les non-impactés, alors que les éprouvettes verre/époxy impactées ont montré une perte de rigidité. Des essais de fatigue interrompus avec un suivi par microtomographie ont permis de montrer que plus le nombre de cycles de fatigue augmente, plus les endommagements initialement existants, dus à l'impact, ont tendance à s'ouvrir. Enfin, les essais de traction sur des éprouvettes non rompues ayant subi un million de cycles de fatigue à 40% de $\sigma_{R,5J}$ après impact, ont révélé que, dans cette configuration, seul le stratifié lin/époxy $[0/90]_{2S}$ conserve ses propriétés en traction.

Dans l'ensemble, les résultats de cette thèse fournissent une base solide pour une meilleure compréhension du comportement à l'impact et en fatigue des composites stratifiés à fibres de lin faits de plis UD-mat, en mettant en évidence à la fois leurs avantages et leurs limitations.

Pour la suite des travaux et d'un point de vue numérique, il serait intéressant de poursuivre la modélisation en affinant le modèle numérique par exemple en utilisant l'identification inverse pour les caractéristiques mécaniques manquantes concernant le lin/époxy et avec la prise en compte de l'endommagement interfacial en créant des surfaces ou éléments cohésifs. Il faudrait aussi utiliser dans le modèle des énergies de propagation de rupture plus représentatives du comportement d'un stratifié lin/époxy. Il serait également intéressant de développer des simulations, par éléments finis, de la durée de vie des composites étudiés.

D'un point de vue expérimental, étant données les observations encourageantes faites quant à la conservation des propriétés en traction après un million de cycles de fatigue pour les $[0/90]_{2S}$ lin/époxy impactés à 5J, une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement par émission acoustique serait intéressante pour mieux comprendre ce phénomène. Il serait également intéressant, comme suite des travaux présentés dans ce manuscrit, de remplacer la résine époxy par des matrices thermoplastiques recyclables utilisées dans les applications automobiles, telles que le polypropylène et le polyamide. Les matrices biosourcées (thermoplastiques ou thermodurcissables) sont également envisageables comme alternative, ce qui rendrait le matériau plus écologique. Enfin, l'hybridation pourrait permettre une solution optimale pour les applications nécessitant certaines exigences mécaniques. De nombreuses applications de composites hybrides existent dans l'industrie. Cette approche a été exploitée d'une manière très brève et pour une seule séquence d'empilement, mais les résultats obtenus sont très encourageants, comme en témoigne l'Annexe A.

Annexe A

Vers des composites hybrides....

Structure et quelques propriétés physiques de l'hybride lin-verre/époxy

Parmi plusieurs choix de séquences d'empilement de type croisé, un composite hybride lin-verre/époxy noté LVUD090 a été choisi avec une séquence d'empilement comme suit : $[(0/90)^L/(0/90)^V]_s$. Cette séquence d'empilement ressemble à une structure sandwich (voir Figure A.1) ayant les renforts de verre comme matériau de cœur et les plis de lin pour les peaux afin de protéger les fibres de verre face à un impact étant donnée la capacité des fibres de lin à absorber l'énergie. D'après Selver et al. [Selver et al. 2022] la présence des fibres naturelles dans les plis externes réduit la rupture des fibres de verre dans un composite hybride lin-verre/époxy. Une résistance résiduelle en compression plus élevée a ainsi été obtenue comparé à d'autres structures hybrides considérées dans leur étude. Nous nous sommes donc inspirés de cette étude pour faire le choix de la séquence d'empilement.

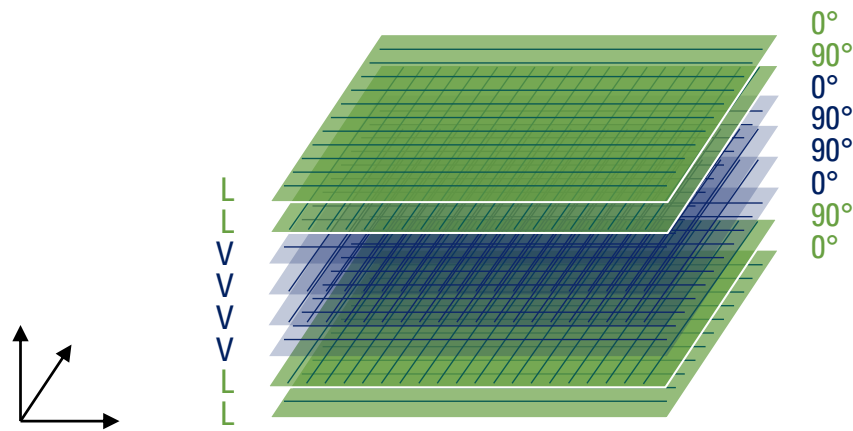


Figure A.1 – Séquence d'empilement du composite hybride LVUD090.

Les propriétés physiques de cet hybride sont présentées dans le Tableau A.1. À noter que les campagnes d'essais (impact et traction avant et après impact) ont été réalisées avec trois répétitions par type d'essai effectué.

Tableau A.1 – Propriétés physiques du composite hybride LVUD090.

	e (mm)	V_f (%)	ρ (g/cm ³)
LVUD090	$3,28 \pm 0,08$	$39,5 \pm 0,98$	$1,4239 \pm 0,009$

Caractérisation en traction quasi-statique des éprouvettes non-impactées

Les courbes contrainte-déformation du composite hybride sain (non-impacté) sont présentées sur la Figure A.2. Ces courbes sont comparées à celles des lin/époxy et verre/époxy ayant les mêmes configurations croisées décrites dans cette thèse (chapitres 3 à 5) et ajoutées dans la Figure A.2.

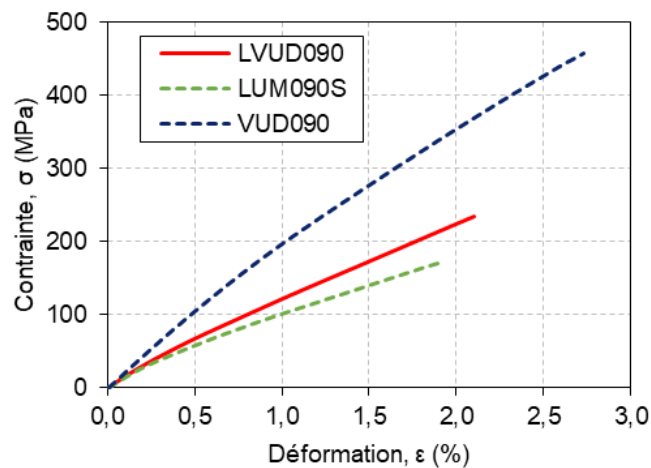


Figure A.2 – Courbes contrainte-déformation des éprouvettes non-impactées LVUD090, LUM090S et VUD090 testées en traction.

D'après les courbes de traction, on constate une hausse de 34% de la contrainte à la rupture et de 13% de la déformation à la rupture du LVUD090 par rapport à celles du LUM090S, mais ces propriétés restent inférieures à celle du VUD090. Cependant, aucun changement significatif n'a été constaté pour le module d'élasticité, qu'on s'attendait à voir augmenter compte tenu de la loi des mélanges. Le tableau A.2 regroupe les valeurs des propriétés en traction de l'hybride LVUD090.

Tableau A.2 – Propriétés mécaniques en traction quasi-statique des éprouvettes saines de LVUD090.

	E (GPa)	σ_R (MPa)	ε_R (%)
LVUD090, sain	$15,5 \pm 0,3$	230 ± 5	$2,09 \pm 0,08$

Comportement face à un impact de 5J

Des exemples de courbes force-déplacement (Figure A.3) des essais d'impact réalisés avec une tour de chute Imatek de l'ESTACA montrent que le comportement de l'hybride diffère de celui du lin/époxy et du verre/époxy. Le LVUD090 présente une force maximum d'impact plus faible que le LUM090S et le VUD090. Cela s'explique peut-être par la présence des plis de lin, qui constituent les couches externes du stratifié, avec une épaisseur inférieure à celle d'un stratifié fait en totalité de lin. Ces couches seraient donc plus sollicitées lors de l'impact tandis que les plis de verre situés au centre du stratifié sont moins sollicités à l'impact.

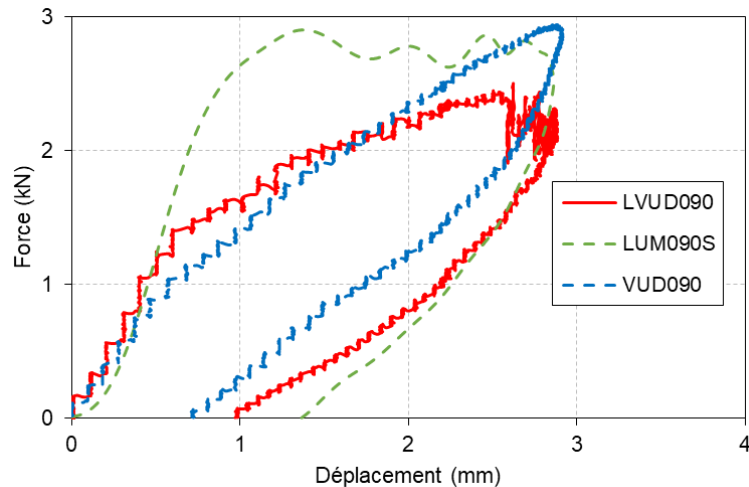


Figure A.3 – Courbes force-déplacement produites lors d'un essai d'impact à 5J sur le stratifié hybride et les stratifiés croisés lin/époxy et verre/époxy.

L'énergie absorbée par le LVUD090 est inférieure à celle du LUM090S mais reste supérieure à celle du verre/époxy. La présence du lin augmente la capacité d'absorption d'énergie tandis que la présence du verre mène à une diminution du déplacement permanent. Au final, un déplacement maximal similaire pour les LUM090S et VUD090 a été détecté.

La Figure A.4 montre les endommagements obtenus suite à l'impact de 5J du LVUD090. Des photographies des faces avant et arrière sont présentées sur la Figure A.4a et les images microtomographiques des plans (X-Z) et (Y-Z) sur la Figure A.4b. On constate que, sur la face impactée, peu d'endommagements sont visibles (Figure A.4a). Cependant, sur la face arrière, l'endommagement ressemble globalement à celui constaté pour le LUM090S, c'est-à-dire avec une forme en papillon qui marque le délaminage des deux derniers plis, ainsi qu'une fissure de flexion et des fissures transverses causées par la rupture des fibres du dernier pli. En examinant les images microtomographiques de la Figure A.4b, on retrouve dans le plan (Y-Z) la fissure de flexion ainsi que le délaminage des deux derniers plis. On constate dans ce même plan que la majorité des endommagements se situent au niveau du dernier pli. Des fissures matricielles ainsi que des ruptures de fibres dans l'avant-dernier pli sont détectées dans le plan (X-Z), ainsi qu'un délaminage entre les plis de lin et de verre.

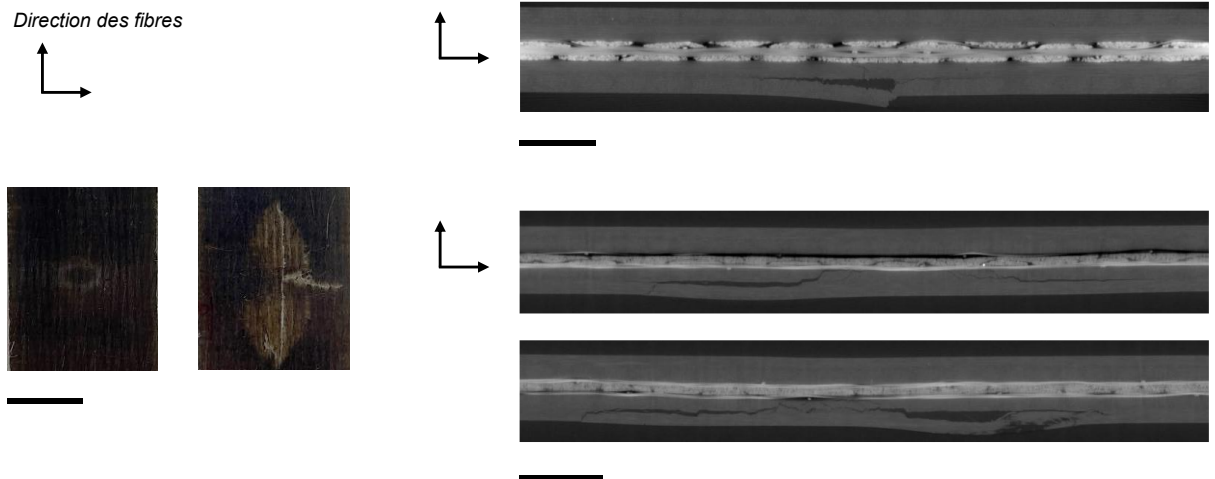


Figure A.4 – Images des endommagements d'une éprouvette LVUD090 impactée à 5J : (a) inspection visuelle et (b) images par microtomographie dans les plans (Y-Z) et (X-Z)

Globalement, moins de délaminage est détecté dans le composite hybride que dans le composite lin/époxy, mais la zone endommagée demeure toujours plus grande par rapport à celle observée dans le verre/époxy.

Influence d'un impact de 5J sur le comportement en traction

La Figure A.5 compare les courbes contrainte-déformation obtenues pour le composite hybride non-impactés (trait en pointillés) et impacté à 5J (trait pleins). En examinant les courbes, on détecte une dégradation de certaines propriétés en traction du composite hybride après l'impact de 5J. La contrainte et la déformation à la rupture sont inférieures à celles des non-impactés. Cependant, jusqu'à une déformation d'environ 0,75%, les courbes se superposent. Après cette valeur, la courbe de l'hybride impacté s'écarte de plus en plus de celle de l'hybride sain, marquant une dégradation des propriétés du matériau avec probablement des endommagements qui ont tendance à se développer rapidement au-delà de ce niveau de déformation. Les propriétés résiduelles en traction après impact de l'hybride sont présentées dans le Tableau A.3 et comparées à celles de l'hybride sain et du croisé lin/époxy dans la Figure A.6.

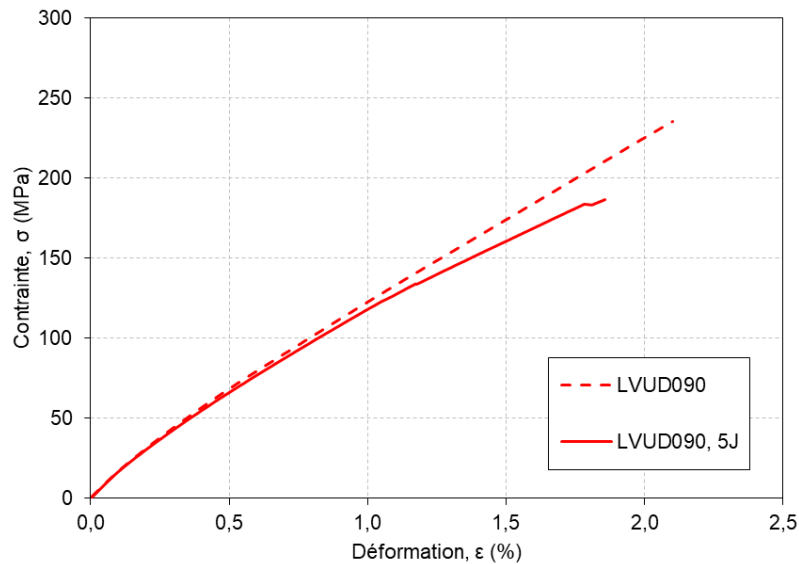


Figure A.5 – Courbes σ - ϵ des essais de traction quasi-statique sur une éprouvette LVUD090 non-impactée (trait en pointillés) et une autre impactée à 5J (trait plein).

Tableau A.3 – Propriétés mécaniques issues des essais de traction quasi-statique après impact à 5J du LVUD090.

	E_{5J} (GPa)	$\sigma_{R,5J}$ (MPa)	$\epsilon_{R,5J}$ (%)
LVUD090	$15,2 \pm 0,7$	181 ± 8	1,86

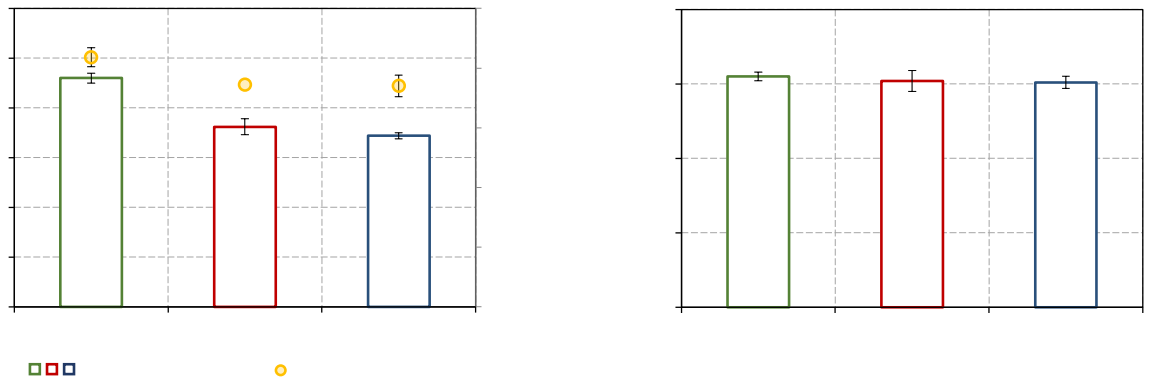


Figure A.6 – Propriétés en traction quasi-statique pour le composite hybride, avant et après impact à 5J, et comparaison avec les propriétés d’une éprouvette saine de LUM090S : (a) contraintes et déformations à rupture et (b) Module d’Young

On constate que l’impact à 5J a produit une diminution de la contrainte à la rupture du LVUD090 de 21%, une baisse de 11% de la déformation à la rupture et une conservation du module d’élasticité. Les diminutions observées sont moindres que celles obtenues pour un composite 100% lin, en particulier en ce qui concerne la déformation à rupture (section 5.1). Après cet impact, on remarque que l’on retrouve pour l’hybride des propriétés en traction similaires à celles du composite lin/époxy croisé sain.

Cette étude préliminaire montre que l’hybridation est une voie intéressante. Dans la suite, il serait possible d’affiner le choix de la séquence d’empilement et du nombre de plis pour chaque type de renfort en réalisant une étude plus complète sur le sujet. Il serait aussi intéressant d’étudier le comportement en fatigue avant et après impact pour ce type de matériau afin d’approfondir les connaissances à ce sujet.

Communications et publications scientifiques

Les travaux de cette thèse ont conduit, en plus de ce manuscrit, aux communications orales et publications suivantes :

Article de journal publié :

ROUPHAEL, S.E.K., LEBRUN, G., TOUCHARD, F., AND TRUONG-HOANG, T.-Q. 2023. Low energy impact behavior of unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates and comparison with similar glass/epoxy laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 175, 107746.

Articles en cours de rédaction pour soumission, portant sur :

1. L'étude du comportement en fatigue pré-impact des matériaux de cette étude,
2. L'étude de l'influence d'un impact à basse vitesse sur ces mêmes matériaux

Dès publiés, l'accès au lien de ces articles sera possible en scannant le code QR suivant :



Communications orales :

1. Roupphaël, S.E.K., Lebrun, G., Touchard, F., Truong-Hoang, T.-Q. (26 – 30 juin 2022). *Effect of fibrillation of flax mat binder on the impact response of unidirectional flax/epoxy composites and comparison with a glass/epoxy composite*. 20th European Conference on Composite Materials (ECCM20), Lausanne, Suisse, oral.

2. Roupphaël, S.E.K., Lebrun, G., Touchard, F., Truong-Hoang, T.-Q. (8 – 12 mai 2023). Étude comparative et modélisation du comportement en fatigue après impact de stratifiés lin/époxy et verre/époxy faits de renforts unidirectionnels. 90^{ème} Congrès de l'Association canadienne-française pour l'avancement des sciences (Acfas), Montréal, Québec, Canada, édition en ligne, oral.

3. Roupphaël, S.E.K., Truong-Hoang, T.-Q., Lebrun, G., Touchard, F. (03 – 05 juillet 2023). Comportement à l'impact et en fatigue de biocomposites à renforts mixtes UD et mat lin/époxy. 23^{ème} Journées Nationales sur les Composites (JNC23), Besançon, France, oral.

4. Roupphaël, S.E.K., Truong-Hoang, T.-Q., Lebrun, G., Touchard, F. (31 juillet – 04 août 2023). *Dynamic behavior of unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates made of a hybrid UD-mat reinforcement*. 23rd International Conference on Composite Materials (ICCM23), Belfast, Irlande du Nord, Royaume-Uni, oral.

Références

AFRA, E., YOUSEFI, H., HADILAM, M.M., AND NISHINO, T. 2013. Comparative effect of mechanical beating and nanofibrillation of cellulose on paper properties made from bagasse and softwood pulps. *Carbohydrate Polymers* 97, 2, 725–730.

AHMAD, F., CHOI, H.S., AND PARK, M. KYUN. 2014. A review: Natural fiber composites selection in view of mechanical, light weight, and economic properties. *Macromolecular Materials and Engineering* 300.

AHMED, K.S., VIJAYARANGAN, S., AND KUMAR, A. 2007. Low Velocity Impact Damage Characterization of Woven Jute—Glass Fabric Reinforced Isothalic Polyester Hybrid Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 26, 10, 959–976.

AKDIM, R. 2014. Approche théorique du procédé de raffinage des fibres. [Thèse de Doctorat], Université du Québec à Trois-Rivières.

ALKBIR, M.F.M., SAPUAN, S.M., NURAINI, A.A., AND ISHAK, M.R. 2016. Fibre properties and crashworthiness parameters of natural fibre-reinforced composite structure: A literature review. *Composite Structures* 148, 59–73.

ALTANOPOULOS, T. AND RAFTOYIANNIS, I. 2020. Deriving tensile properties of glass fiber reinforced polymers (GFRP) using mechanics of composite materials. *Open Journal of Composite Materials* 10, 1–14.

AMERI, E., LAPERRIÈRE, L., AND LEBRUN, G. 2016. Mechanical characterization and optimization of a new unidirectional flax/paper/epoxy composite. *Composites Part B: Engineering* 97, 282–291.

ANDERSEN, P.W. AND B., W.J.A., S.I. AND BACH AND KENSCH, H. AND L., A. AND SYS, W., C.W. AND LILHOLT. 1996. Fatigue of materials and components for wind turbine rotor blades. *Publications Office of the European Union: Luxembourg*.

ASGARINIA, S., VIRIYASUTHEE, C., PHILLIPS, S., ET AL. 2015. Tension–tension fatigue behaviour of woven flax/epoxy composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 34, 11, 857–867.

ASSARAR, M., SCIDA, D., EL MAHI, A., POILÂNE, C., AND REZAK, A. 2011. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: Flax–fibres and glass–fibres. *Materials & Design* 32, 788–795.

ASTM D 3479/D 3479M. Standard Test Method for Tension-Tension Fatigue of Polymer Matrix Composite Materials. .

ASTM D3039/D3039M. *Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials*. ASTM International.

ASTM D7136/D7136M. *Test Method for Measuring the Damage Resistance of a Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composite to a Drop-Weight Impact Event*. ASTM International.

AYMERICH, F. AND PRIOLO, P. 2008. Characterization of fracture modes in stitched and unstitched cross-ply laminates subjected to low-velocity impact and compression after impact loading. *International Journal of Impact Engineering* 35, 7, 591–608.

BALEY, C. 2002. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33, 7, 939–948.

BALEY, C. 2020. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*.

BALEY, C., BOURMAUD, A., AND DAVIES, P. 2021. Eighty years of composites reinforced by flax fibres: A historical review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 144, 106333.

BALEY, C., KERVOËLEN, A., LAN, M., ET AL. 2016. Flax/PP manufacture by automated fibre placement (AFP). *Materials & Design* 94, 207–213.

BALEY, C., LAN, M., BOURMAUD, A., AND LE DUIGOU, A. 2018. Compressive and tensile behaviour of unidirectional composites reinforced by natural fibres: Influence of fibres (flax and jute), matrix and fibre volume fraction. *Materials Today Communications* 16, 300–306.

BALEY, C., PERROT, Y., BUSNEL, F., GUEZENOC, H., AND DAVIES, P. 2006. Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres. *Materials Letters* 60, 24, 2984–2987.

BARBIERE, R. 2020. Comportement en fatigue et optimisation de l'interface d'un composite tissé chanvre/époxy : effet de l'humidité. [Thèse de Doctorat], ENSMA.

BCOMP. 2023. Bcomp's flax fibre composites on the race tracks. Article. <https://www.bcomp.ch/solutions/motorsports-bodywork/>.

BENSADOUN, F. 2016. In-service behaviour of flax fibre reinforced composites for high performance applications. [PhD Thesis], KU Leuven. .

BENSADOUN, F., DEPUYDT, D., BAETS, J., IGNAAS, V., AND VUURE, A.W. 2017. Low velocity impact properties of flax composites. *Composite Structures* 176.

BENSADOUN, F., VALLONS, K.A.M., LESSARD, L.B., VERPOEST, I., AND VAN VUURE, A.W. 2016. Fatigue behaviour assessment of flax–epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 82, 253–266.

BERGENSTRÄHLE-WOHLERT, M., BENSELFELT, T., WÄGGER, L., FURO, I., BERGLUND, L., AND WOHLERT, J. 2022. Cellulose and the role of hydrogen bonds: not in charge of everything. *Cellulose* 29.

BERGES, M. 2018. Mécanismes de dégradation sous sollicitations hydrothermomécaniques de biocomposites et renforts en fibres végétales : application au développement de mobiliers urbains ultralégers et mobiles. [Thèse de Doctorat], UBFC.

- BERNAOUI, A., LEBRUN, G., AND RUIZ, E. 2022. High performance natural fiber composites from mat and UD flax reinforcements backed with a mat Binder: A study of mat fiber surface fibrillation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 160, 107064.
- BOGENFELD, R. AND GORSKY, C. 2021. An Experimental Study of the Cyclic Compression after Impact Behavior of CFRP Composites. *Journal of Composites Science* 5, 11, 296.
- BOS, H.L., MÜSSIG, J., AND VAN DEN OEVER, M.J.A. 2006. Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 37, 10, 1591–1604.
- CAPRINO, G. AND D'AMORE, A. 1998. Flexural fatigue behaviour of random continuous-fibre-reinforced thermoplastic composites. *Composites Science and Technology* 58, 6, 957–965.
- CAPRINO, G. AND GIORLEO, G. 1999. Fatigue lifetime of glass fabric/epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 30, 3, 299–304.
- CHAND, N. AND FAHIM, M. 2008. 1 - Natural fibers and their composites. In: *Tribology of natural fiber polymer composites*. Woodhead Publishing, 1–58.
- CHANDRA DUBEY, S., MISHRA, V., AND SHARMA, A. 2021. A review on polymer composite with waste material as reinforcement. *Materials Today: Proceedings*, S2214785321027061.
- CHARLET, K., BALEY, C., MORVAN, C., JERNOT, J.P., GOMINA, M., AND BRÉARD, J. 2007. 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* 38, 8, 1912–1921.
- CHEN, A.S., ALMOND, D.P., AND HARRIS, B. 2002. Impact damage growth in composites under fatigue conditions monitored by acoustography. *International Journal of Fatigue* 24, 2, 257–261.
- COUTURE, A., LEBRUN, G., AND LAPERRIÈRE, L. 2016. Mechanical properties of polylactic acid (PLA) composites reinforced with unidirectional flax and flax-paper layers. *Composite Structures* 154, 286–295.
- CUYNET, A. 2018. Etude du comportement mécanique à l'impact et en post impact de matériaux composites à fibres végétales. [Thèse de Doctorat], Université Grenoble Alpes.
- CUYNET, A., SCIDA, D., ROUX, É., TOUSSAINT, F., AYAD, R., AND LAGACHE, M. 2018. Damage characterisation of flax fibre fabric reinforced epoxy composites during low velocity impacts using high-speed imaging and Stereo Image Correlation. *Composite Structures* 202, 1186–1194.
- D'AMORE, A., CAPRINO, G., STUPAK, P., ZHOU, J., AND NICOLAIS, L. 1996. Effect of stress ratio on the flexural fatigue behaviour of continuous strand mat reinforced plastics. *Science and Engineering of Composite Materials* 5, 1–8.
- DAS, P.P. AND CHAUDHARY, V. 2021. Moving towards the era of bio fibre based polymer composites. *Cleaner Engineering and Technology* 4.
- DAVIES, G. AND IRVING, P. 2015. 9 - Impact, post-impact strength and post-impact fatigue behaviour of polymer composites. In: P.E. Irving and C. Soutis, eds., *Polymer composites in the aerospace industry*. Woodhead Publishing, 231–259.

DE BRUYNE, N.A. 1939. Plastic progress. Some further developments in the manufacture and use of synthetic materials for aircraft construction. *Flight*, 77–79.

DJAFARI PETROUDY, S.R. 2017. 3 - Physical and mechanical properties of natural fibers. In: M. Fan and F. Fu, eds., *Advanced high strength natural fibre composites in construction*. Woodhead Publishing, 59–83.

DR KEITH WHEELER. 2020. Flax plant stem. Photograph. Science Photo Library. <https://sciencephotogallery.com/featured/1-flax-plant-stem-dr-keith-wheelerscience-photo-library.html>.

DUELL, J.M. 2004. Impact testing of advanced composites. In: *Advanced topics in characterization of composites*. Trafford Publishing, 97–112.

DUFLOU, J.R., YELIN, D., VAN ACKER, K., AND DEWULF, W. 2014. Comparative impact assessment for flax fibre versus conventional glass fibre reinforced composites: Are bio-based reinforcement materials the way to go? *CIRP Annals* 63, 1, 45–48.

EL KADI, H. AND ELLYIN, F. 1994. Effect of stress ratio on the fatigue of unidirectional glass fibre/epoxy composite laminae. *Composites* 25, 10, 917–924.

EL SAWI, I., FAWAZ, Z., ZITOUNE, R., AND BOUGHERARA, H. 2014. An investigation of the damage mechanisms and fatigue life diagrams of flax fiber-reinforced polymer laminates. *Journal of Materials Science* 49, 5, 2338–2346.

EPAARACHCHI, J. AND CLAUSEN, P. 2003. An empirical model for fatigue behavior prediction of glass reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 34, 313–326.

FANG, S., WEN-ZHONG, Y., AND XIANG-XIANG, F. 2004. Variation of microfibril angle and its correlation to wood properties in poplars. *Journal of Forestry Research* 15, 261–267.

FISCHER, B., SARASINI, F., TIRILLÒ, J., ET AL. 2019. Impact damage assessment in biocomposites by micro-CT and innovative air-coupled detection of laser-generated ultrasound. *Composite Structures* 210, 922–931.

GAMSTEDT, E.K., BERGLUND, L.A., AND PEIJS, T. 1999. Fatigue mechanisms in unidirectional glass-fibre-reinforced polypropylene. *Composites Science and Technology* 59, 5, 759–768.

GASSAN, J. 2002. A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33, 3, 369–374.

GASSAN, J. AND GUTOWSKI, V.S. 2000. Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites. *Composites Science and Technology* 60, 15, 2857–2863.

GAY, D. 2005. *Matériaux Composites*. Hermes Science Publications.

GHOLAMPOUR, A. AND OZBAKKALOGLU, T. 2020. A review of natural fiber composites: properties, modification and processing techniques, characterization, applications. *Journal of Materials Science*, 1–64.

GILLET, S. 2022. Analyse de l'endommagement et critère en fatigue-fluage de polyamides renforcés. [Thèse de Doctorat], Université PSL.

GLOWACZ, F. 2022. Current trends in the global Composites Industry 2021-2026 [Plenary Lecture]. ECCM20, Lausanne, Switzerland.

GNING, P.B., LIANG, S., GUILLAUMAT, L., AND PUI, W.J. 2011. Influence of process and test parameters on the mechanical properties of flax/epoxy composites using response surface methodology. *Journal of Materials Science* 46, 21, 6801–6811.

GUPTA, U.S., DHAMARIKAR, M., DHARKAR, A., ET AL. 2021. Plasma modification of natural fiber: A review. *Materials Today: Proceedings* 43, 451–457.

HABIBI, M., LAPERRIÈRE, L., AND HASSANABADI, H.M. 2018. Influence of low-velocity impact on residual tensile properties of nonwoven flax/epoxy composite. *Composite Structures* 186, 175–182.

HABIBI, M., LAPERRIÈRE, L., AND HASSANABADI, H.M. 2019a. Effect of moisture absorption and temperature on quasi-static and fatigue behavior of nonwoven flax epoxy composite. *Composites Part B: Engineering* 166, 31–40.

HABIBI, M., LAPERRIÈRE, L., LEBRUN, G., AND TOUBAL, L. 2017a. Combining short flax fiber mats and unidirectional flax yarns for composite applications: Effect of short flax fibers on biaxial mechanical properties and damage behaviour. *Composites Part B: Engineering* 123, 165–178.

HABIBI, M., LEBRUN, G., AND LAPERRIÈRE, L. 2017b. Experimental characterization of short flax fiber mat composites: tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission. *Journal of Materials Science* 52, 11, 6567–6580.

HABIBI, M., SELMI, S., LAPERRIÈRE, L., MAHI, H., AND KELOUWANI, S. 2019b. Experimental investigation on the response of unidirectional flax fiber composites to low-velocity impact with after-impact tensile and compressive strength measurement. *Composites Part B: Engineering* 171, 246–253.

HADJ DJILANI, A., KIOUA, A., ZITOUNE, R., TOUBAL, L., AND BOUGHERARA, H. 2023. Exploring the flexural and impact properties of pure flax/epoxy and Kevlar/flax/epoxy composites through experimental and numerical analysis. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications* 237, 146442072311786.

HAGGUI, M., EL MAHI, A., JENDLI, Z., AKROUT, A., AND HADDAR, M. 2019. Static and fatigue characterization of flax fiber reinforced thermoplastic composites by acoustic emission. *Applied Acoustics* 147, 100–110.

HALLIER, B. 2022. Pays-Bas : un pont en lin inauguré près d'Amsterdam, "C'est le même type de fibres que dans les vêtements de tous les jours". Article. https://www.francetvinfo.fr/culture/arts-expos/architecture/pays-bas-un-pont-en-lin-inaugure-pres-d-amsterdam-c-est-le-meme-type-de-fibres-que-dans-les-vetements-de-tous-les-jours_5097919.html.

HEIMBS, S., BERGMANN, T., SCHUELER, D., AND TOSO-PENTECÔTE, N. 2014. High velocity impact on preloaded composite plates. *Composite Structures* 111, 158–168.

- HIPSLEY, C., AGUILAR, R., BLACK, J., AND HOCKNULL, S. 2020. High-throughput microCT scanning of small specimens: preparation, packing, parameters and post-processing. *Scientific Reports* 10, 13863.
- INNOVATION IN TEXTILES. 2018. Bcomp's flax fibre composites on the race tracks.. Article. <https://www.innovationintextiles.com/bcomps-flax-fibre-composites-on-the-race-tracks/>.
- ISMAIL, S.O., AKPAN, E., AND DHAKAL, H.N. 2022. Review on natural plant fibres and their hybrid composites for structural applications: Recent trends and future perspectives. *Composites Part C: Open Access* 9, 100322.
- JEANNIN, T., GABRION, X., RAMASSO, E., AND PLACET, V. 2019. About the fatigue endurance of unidirectional flax-epoxy composite laminates. *Composites Part B: Engineering* 165, 690–701.
- JEC. 2021. The Green Nacelle: pioneering natural-fibre composites in wind energy. *JEC Composites Magazine* 143, 37–39.
- JOSHI, S.V., DRZAL, L.T., MOHANTY, A.K., AND ARORA, S. 2004. Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 35, 3, 371–376.
- KARAOUNI, H. 2001. Nouveaux outils pour la conception fiable des structures. [Thèse de Doctorat], Ecole Polytechnique.
- KHALFALLAH, M., ABBES, B., ABBES, F., ET AL. 2014. Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications. *Materials & Design* 64, 116–126.
- KU, H., CHENG, Y., SNOOK, C., AND BADDELEY, D. 2005. Drop weight impact test fracture of vinyl ester composites: Micrographs of pilot study. *Journal of Composite Materials* 39.
- KUMAR, R., SS, S., KUMARESAN, M., ET AL. 2020. Wear performance and mechanical properties of unidirectional Sisal/Carbon/Flax hybrid reinforced epoxy composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 988, 012010.
- KVAVADZE, E., BAR-YOSEF, O., BELFER-COHEN, A., ET AL. 2009. 30,000-Year-Old wild flax fibers. *Science (New York, N.Y.)* 325, 1359.
- LAKSHMI NARAYANA, V. AND BHASKARA RAO, L. 2021. A brief review on the effect of alkali treatment on mechanical properties of various natural fiber reinforced polymer composites. *Materials Today: Proceedings* 44, 1988–1994.
- LANDIS, E.N. AND KEANE, D.T. 2010. X-ray microtomography. *Materials Characterization* 61, 12, 1305–1316.
- LATIF, R., WAKEEL, S., KHAN, N., SIDDIQUEE, A., VERMA, S., AND KHAN, Z. 2018. Surface treatments of plant fibers and their effects on mechanical properties of fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 38.
- LE DUIGOU, A., DAVIES, P., AND BALEY, C. 2011. Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy* 5, 153–165.

- LEBAUPIN, Y., HOANG, T.-Q.T., CHAUVIN, M., AND TOUCHARD, F. 2019. Influence of the stacking sequence on the low-energy impact resistance of flax/PA11 composite. *Journal of Composite Materials* 53, 22, 3187–3198.
- LEE, K.-Y. AND BISMARCK, A. 2014. 3 - Creating hierarchical structures in cellulosic fibre reinforced polymer composites for advanced performance. In: A. Hodzic and R. Shanks, eds., *Natural fibre composites*. Woodhead Publishing, 84–102.
- LEROY, A. 2022. Contribution à l'étude de l'impact à faible vitesse de composite biosourcé à fibres de lin : analyse expérimentale et modélisation numérique. [Thèse de Doctorat], Université de Reims Champagne-Ardenne.
- LEROY, A., SCIDA, D., ROUX, É., TOUSSAINT, F., AND AYAD, R. 2021. Are there similarities between quasi-static indentation and low velocity impact tests for flax-fibre composites? *Industrial Crops and Products* 171, 113840.
- LI, X., TABIL, L., AND PANIGRAHI, S. 2007. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Polymers and the Environment* 15, 25–33.
- LI, Y., ZHONG, J., AND FU, K. 2020. Low-velocity impact and compression-after-impact behaviour of flax fibre-reinforced composites. *Acta Mechanica Solida Sinica* 33.
- LIANG, S. 2013. Étude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales prise en compte de la variabilité des propriétés. [Thèse de Doctorat], Université de Bourgogne.
- LIANG, S., GNING, P.B., AND GUILLAUMAT, L. 2012. A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. *Composites Science and Technology* 72, 5, 535–543.
- LIANG, S., GNING, P.-B., AND GUILLAUMAT, L. 2014. Properties evolution of Flax/Epoxy composites under fatigue loading. *International Journal of Fatigue* 63, 36–45.
- LIANG, S., GUILLAUMAT, L., AND GNING, P.-B. 2015. Impact behaviour of flax/epoxy composite plates. *International Journal of Impact Engineering* 80, 56–64.
- LOGANATHAN, P., VIJAYAN, K., SIVANANTHAM, G., S, S., M R, S., AND SIENGCHIN, S. 2020. Mechanical, chemical and sound absorption properties of glass/ kenaf/waste tea leaf fiber-reinforced hybrid epoxy composites. *Journal of Industrial Textiles* 51.
- LOTFI, A., LI, H., DAO, D.V., AND PRUSTY, G. 2021. Natural fiber-reinforced composites: A review on material, manufacturing, and machinability. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 34, 2, 238–284.
- MA, H., BAI, X., RAN, Y., WEI, X., AND AN, Z. 2022. Modeling the Effect of Stress Ratio, Loading Frequency and Fiber Orientation on the Fatigue Response of Composite Materials. *Polymers* 14, 2772.
- MAHBOOB, Z. AND BOUGHERARA, H. 2018. Fatigue of flax-epoxy and other plant fibre composites: Critical review and analysis. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 109, 440–462.
- MALPOT, A. 2017. Etude du comportement en fatigue d'un composite à matrice polyamide renforcé d'un tissu de fibres de verre pour application automobile. [Thèse de Doctorat], ENSMA.

- MANDELL, J., SAMBORSKY, D., AND SUTHERLAND, H. 1999. Effects of materials parameters and design details on the fatigue of composite materials for wind turbine blades. *EWEC*.
- MARMONNIER, C., LEBRUN, G., TRUONG-HOANG, T., AND MARMONNIER. 2022. Effect of the short flax fiber mat binder on impact properties of unidirectional flax composites made of UD-mat reinforcements [Paper presentation]. CANCOM2022, Fredericton and Moncton, New Brunswick, Canada. .
- MBAKOP, R.S., LEBRUN, G., AND BROUILLETTE, F. 2018. Experimental analysis of the planar compaction and preforming of unidirectional flax reinforcements using a thin paper or flax mat as binder for the UD fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 109, 604–614.
- MONTI, A., EL MAHI, A., JENDLI, Z., AND GUILLAUMAT, L. 2016. Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 90, 100–110.
- MONTI, A., JENDLI, Z., MAHI, A.E., AND GUILLAUMAT, L. 2017. Analyse du comportement dynamique de composites et de structures sandwichs bio-sourcés [Paper presentation]. JNC 20, Champs sur Marne, France.
- MULLER, L. 2019. Estimation accélérée des performances en fatigue de matériaux et structures composites thermoplastiques par le suivi de leur auto-échauffement.[Thèse de Doctorat], ECN.
- NAMALA, K.K., MAHAJAN, P., AND BHATNAGAR, N. 2014. Digital Image Correlation of Low-Velocity Impact on a Glass/Epoxy Composite. *International Journal for Computational Methods in Engineering Science and Mechanics* 15, 3, 203–217.
- NGUYEN, A.V. 2015. Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances de systèmes robotiques. [Thèse de Doctorat], Université Blaise Pascal - Clermont II.
- NIJJAR, S., P., S., SHARMA, S., AND SAINI, S. 2022. Overview on the latest trend and development on mechanical, tribological & microstructural properties of natural fibre polymer composites. *Materials Today: Proceedings* 63, 663–672.
- OLIVEROS, L. 1989. Masses volumiques et densités des solutions aqueuses. *Caractérisation et propriétés de la matière*.
- ORION MARKET RESEARCH. 2022. Biocomposites market. Report. <https://www.omrglobal.com/industry-reports/biocomposites-market>.
- PANCIROLI, R. AND GIANNINI, O. 2021. Comparing the impact resistance of flax/epoxy and glass/epoxy composites through experiments and numerical simulations. *Composite Structures* 264, 113750.
- PASCOE, J.-A. 2021. Slow-growth damage tolerance for fatigue after impact in FRP composites: Why current research won't get us there. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 116, 103127.
- PATUREL, A. AND DHAKAL, H. 2020. Influence of water absorption on the low velocity falling weight impact damage behaviour of Flax/Glass reinforced vinyl ester hybrid composites. *Molecules (Basel, Switzerland)* 25, 278.

PETIT, S., BOUVET, C., BERGEROT, A., AND BARRAU, J.-J. 2007. Impact and compression after impact experimental study of a composite laminate with a cork thermal shield. *Composites Science and Technology* 67, 15, 3286–3299.

PICKERING, K.L., ED. 2008. 7 - Natural-fiber composites in the automotive sector. In: *Properties and performance of natural-fibre composites*. Woodhead Publishing, 221–268.

PIL, L., BENSADOUN, F., PARISET, J., AND VERPOEST, I. 2016. Why are designers fascinated by flax and hemp fibre composites? *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 83, 193–205.

PORSCHE NEWSROOM. 2020. Porsche 718 Cayman GT4 Clubsport MR with new natural-fibre composite body kit: Racing cars with body parts made of renewable raw materials. Article. <https://newsroom.porsche.com/en/2020/motorsports/porsche-718-cayman-gt4-clubsport-mr-natural-fibre-composite-body-kit-22439.html>.

PRABHAKARAN, S., KRISHNARAJ, V., KUMAR, M.S., AND ZITOUNE, R. 2014. Sound and vibration damping properties of flax fiber reinforced composites. *Procedia Engineering* 97, 573–581.

RAGOUBI, M., BIENAIMÉ, D., MOLINA, S., GEORGE, B., AND MERLIN, A. 2010. Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products* 31, 2, 344–349.

RAHMAN, M.Z. 2021. Mechanical and damping performances of flax fibre composites – A review. *Composites Part C: Open Access* 4, 100081.

RAJAK, D., PAGAR, D., MENEZES, P., AND LINUL, E. 2019. Fiber-Reinforced Polymer Composites: Manufacturing, Properties, and Applications. *Polymers* 11, 10, 1667.

RAMAKRISHNAN, K.R., CORN, S., LE MOIGNE, N., IENNY, P., AND SLANGEN, P. 2021. Experimental assessment of low velocity impact damage in flax fabrics reinforced biocomposites by coupled high-speed imaging and DIC analysis. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 140, 106137.

RAMESH, M. 2019. Flax (*Linum usitatissimum* L.) fibre reinforced polymer composite materials: A review on preparation, properties and prospects. *Progress in Materials Science* 102, 109–166.

REIS, P.N.B., FERREIRA, J.A.M., SANTOS, P., RICHARDSON, M.O.W., AND SANTOS, J.B. 2012. Impact response of Kevlar composites with filled epoxy matrix. *Composite Structures* 94, 12, 3520–3528.

SAADATI, Y., LEBRUN, G., CHATELAIN, J.-F., AND BEAUCHAMP, Y. 2020. Experimental investigation of failure mechanisms and evaluation of physical/mechanical properties of unidirectional flax–epoxy composites. *Journal of Composite Materials* 54, 20, 2781–2801.

SAFILIN. *Flax low twist roving Tex 400 - Technical Datasheet*. .

SAJAN, S. AND PHILIP SELVARAJ, D. 2021. A review on polymer matrix composite materials and their applications. *Materials Today: Proceedings*, S2214785321054614.

SANTULLI, C. 2001. Post-impact damage characterisation on natural fibre reinforced composites using acoustic emission. *NDT & E International* 34, 8, 531–536.

- SATHISH, S., KARTHI, N., PRABHU, L., ET AL. 2021. A review of natural fiber composites: Extraction methods, chemical treatments and applications. *Materials Today: Proceedings* 45, 8017–8023.
- SAWADOGO, C.A.H. 2009. Comportement en fatigue des composites monolithiques et sandwichs : Détection et suivi de l'endommagement par techniques non destructives. [Thèse de Doctorat], Université de Lille 1.
- SCARPONI, C., PIZZINEIL, C.S., SANCHEZ-SAEZ, S., AND BARBERO, E. 2009. Impact-Load Behaviour of Resin Transfer Moulding (RTM) Hemp Fibre Composite Laminates. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy* 3, 3, 298–310.
- SCARPONI, C., SARASINI, F., TIRILLÒ, J., LAMPANI, L., VALENTE, T., AND GAUDENZI, P. 2016. Low-velocity impact behaviour of hemp fibre reinforced bio-based epoxy laminates. *Composites Part B: Engineering* 91, 162–168.
- SEGHINI, M.C., TOUCHARD, F., SARASINI, F., ET AL. 2020. Fatigue behaviour of flax-basalt/epoxy hybrid composites in comparison with non-hybrid composites. *International Journal of Fatigue* 139, 105800.
- SELVER, E., DALFI, H., AND YOUSAF, Z. 2022. Investigation of the impact and post-impact behaviour of glass and glass/natural fibre hybrid composites made with various stacking sequences: Experimental and theoretical analysis. *Journal of Industrial Textiles* 51, 8, 1264–1294.
- SENTHILKUMAR, T., BHARIMALLA, A.K., SUNDARAMOORTHY, C., PATIL, P.G., AND VIGNESHWARAN, N. 2020. Fibrillation of Coconut Fibers by Mechanical Refining to Enhance Its Reinforcing Potential in Epoxy Composites. *Fibers and Polymers* 21, 9, 2111–2117.
- SERRA-PARAREDA, F., TARRÉS, Q., DELGADO-AGUILAR, M., ESPINACH, F.-X., MUTJÉ, P., AND VILASECA, F. 2019. Biobased composites from biobased-polyethylene and barley thermomechanical fibers: Micromechanics of composites. *Materials (Basel, Switzerland)* 12.
- SEVER, K., ERDEN, S., GÜLEC, H.A., SEKI, Y., AND SARIKANAT, M. 2011. Oxygen plasma treatments of jute fibers in improving the mechanical properties of jute/HDPE composites. *Materials Chemistry and Physics* 129, 1, 275–280.
- SHAH, D.U. 2013. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review. *Journal of Materials Science* 48, 18, 6083–6107.
- SHAH, D.U. 2014. Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts. *Materials & Design (1980-2015)* 62, 21–31.
- SHAH, D.U. 2016. Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 83, 160–168.
- SHAH, D.U., SCHUBEL, P.J., CLIFFORD, M.J., AND LICENCE, P. 2013. Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S–N curves and constant-life diagrams. *Composites Science and Technology* 74, 139–149.

- SHAH, D.U., SCHUBEL, P.J., LICENCE, P., AND CLIFFORD, M.J. 2012. Determining the minimum, critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites. *Composites Science and Technology* 72, 15, 1909–1917.
- SHAHZAD, A. AND ISAAC, D. 2014. Fatigue properties of hemp and glass fiber composites. *Polymer Composites* 35.
- SHANMUGAM, V., KANNAN, S., MUTHAIAH KOILRAJ, J., ET AL. 2020. Recent advancement in the natural fiber polymer composites: A comprehensive review. *Journal of Cleaner Production* 277.
- SHYR, T.-W. AND PAN, Y.-H. 2003. Impact resistance and damage characteristics of composite laminates. *Composite Structures* 62, 2, 193–203.
- SIKA. 2019. *SikaBiresin CR72 - Technical Datasheet*. .
- SINGH, H., NAMALA, K.K., AND MAHAJAN, P. 2015. A damage evolution study of E-glass/epoxy composite under low velocity impact. *Composites Part B: Engineering* 76, 235–248.
- SOOD, M. AND DWIVEDI, G. 2018. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: A review. *Egyptian Journal of Petroleum* 27, 4, 775–783.
- SY, B.L., FAWAZ, Z., AND BOUGHERARA, H. 2018. Damage evolution in unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates subjected to low velocity impact loading. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 112, 452–467.
- TAN, K.T., WATANABE, N., AND IWAHORI, Y. 2011. X-ray radiography and micro-computed tomography examination of damage characteristics in stitched composites subjected to impact loading. *Composites Part B: Engineering* 42, 4, 874–884.
- THORSSON, S.I., WAAS, A.M., AND RASSAIAN, M. 2018. Low-velocity impact predictions of composite laminates using a continuum shell based modeling approach part A: Impact study. *International Journal of Solids and Structures* 155, 185–200.
- THYAVIHALLI GIRIJAPPA, Y., MAVINKERE RANGAPPA, S., PARAMESWARANPILLAI, J., AND SIENGCHIN, S. 2019. Natural fibers as sustainable and renewable resource for development of eco-friendly composites: A comprehensive review. *Frontiers in Materials* 6.
- UEKI, Y., LILHOLT, H., AND MADSEN, B. 2018. Stiffening effect of fatigue and creep loading in unidirectional flax fibre/epoxy composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 388, 012018.
- VÄISÄNEN, T., DAS, O., AND TOMPPONEN, L. 2017. A review on new bio-based constituents for natural fiber-polymer composites. *Journal of Cleaner Production* 149, 582–596.
- DE VASCONCELLOS, D.S. 2013. Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy. [Thèse de Doctorat], ENSMA. .
- DE VASCONCELLOS, D.S., SARASINI, F., TOUCHARD, F., ET AL. 2014a. Influence of low velocity impact on fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composites. *Composites Part B: Engineering* 66, 46–57.

DE VASCONCELLOS, D.S., TOUCHARD, F., AND CHOCINSKI-ARNAULT, L. 2014b. Tension–tension fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composite: A multi-instrumented damage analysis. *International Journal of Fatigue* 59, 159–169.

VERPOEST, I. 2022. The history of composites: 5000+ years of creative innovations by perseverant scientists and engineers [Keynote Lecture]. ECCM20, Lausanne, Switzerland. .

WEI, Q., ZHU, L., ZHU, J., ZHUO, L., HAO, W., AND XIE, W. 2020. Characterization of impact fatigue damage in CFRP composites using nonlinear acoustic resonance method. *Composite Structures* 253, 112804.

WIELAGE, B., LAMPKE, T., UTSCHICK, H., AND SOERGEL, F. 2003. Processing of natural-fibre reinforced polymers and the resulting dynamic–mechanical properties. *Journal of Materials Processing Technology* 139, 1, 140–146.

WRONKOWICZ-KATUNIN, A., KATUNIN, A., NAGODE, M., AND KLEMENC, J. 2021. Classification of Cracks in Composite Structures Subjected to Low-Velocity Impact Using Distribution-Based Segmentation and Wavelet Analysis of X-ray Tomograms. *Sensors* 21, 24, 8342.

YAN, L., CHOUW, N., AND JAYARAMAN, K. 2014. Flax fibre and its composites – A review. *Composites Part B: Engineering* 56, 296–317.

YUANJIAN, T. AND ISAAC, D.H. 2007. Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites. *Composites Science and Technology* 67, 15, 3300–3307.

YUANJIAN, T. AND ISAAC, D.H. 2008. Combined impact and fatigue of glass fiber reinforced composites. *Composites Part B: Engineering* 39, 3, 505–512.

ZHONG, L., FU, S.-Y., ZHOU, X., AND ZHAN, H. 2011. Effect of surface microfibrillation of sisal fibre on the mechanical properties of sisal/aramid fibre hybrid composites. *Composites Part A-applied Science and Manufacturing* 42, 244–252.