

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

ÉTUDE DU COMPORTEMENT À L'IMPACT ET EN POST-IMPACT D'UN  
COMPOSITE À RENFORT BIOSOURCÉ DE TYPE LIN/ÉPOXY AVEC  
PRISE EN COMPTE DE L'EFFET DE LA POROSITÉ ET DU  
VIEILLISSEMENT PAR RAYONS UV

COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DU DOCTORAT EN INGÉNIERIE  
CONCENTRATION - GÉNIE MÉCANIQUE

PAR  
ABDELHADI HADJ-DJILANI

JUIN 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.

# UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

## Doctorat en ingénierie (concentration génie mécanique)

### Direction de recherche :

Lotfi Toubal, Professeur

Université du Québec à Trois-Rivières

---

Prénom et nom

directeur de recherche

Habiba Bougherara, Professeur

Toronto Metropolitan University

---

Prénom et nom

Co-directrice

### Jury d'évaluation

Rachid Boukhili, Professeur

École Polytechnique Montréal

---

Prénom et nom

Évaluateur externe

Zoheir Aboura, Professeur

Université de technologie de Compiègne

---

Prénom et nom

Évaluateur externe

Marc-André Gaudreau, Professeur

Université du Québec à Trois-Rivières

---

Prénom et nom

Président du jury

Lotfi Toubal, Professeur

Université du Québec à Trois-Rivières

---

Prénom et nom

directeur de recherche

Habiba Bougherara, Professeur

Toronto Metropolitan University

---

Prénom et nom

## REMERCIEMENTS

C'est avec une sincérité profonde que je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de ce travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers mon directeur de thèse, le Professeur Lotfi Toubal, pour son assistance complète et entière. Ses conseils précieux ont été d'une aide inestimable dans les moments où j'en avais le plus besoin, et il a généreusement mis à ma disposition tous les outils nécessaires à ma recherche.

Mes remerciements vont également à mes co-directeurs, Professeur Habiba Bougherara et le Professeur Redouane Zitoune, pour leur assistance, leur présence constante, ainsi que pour leur aide précieuse qui a inclus la fourniture de tout le nécessaire et un suivi attentif de mon travail.

Je souhaite également exprimer ma reconnaissance aux éminents membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce travail : Professeur Rachid Boukhili de l'École Polytechnique de Montréal, Professeur Zoheir Aboura de l'Université de Technologie de Compiègne, et le président du jury, Professeur Marc-André Gaudreau, de l'Université du Québec à Trois-Rivières. Leur disponibilité et leur rigueur dans l'évaluation de cette thèse sont grandement appréciées.

Je voudrais aussi remercier l'équipe du laboratoire de génie mécanique, notamment Monsieur Jonathan St-Arnaud et Sébastien Lagacé, pour leur aimable aide et assistance au laboratoire.

Un remerciement spécial est adressé à mes amis qui ont contribué à la réussite de ce travail M. Abdelhadi Blal pour son assistance dans l'analyse des résultats de chimie, et Monsieur Hani Mehaba pour son aide inestimable, ainsi que Philippe Blais Mehdi El Mekhchi. Un remerciement est également adressé à mes amis Mourad El Mottakel, Haithem Bouallag et Benlahbib Alaaeddine pour leur soutien moral inestimable pendant ces années d'étude.

Un remerciement tout particulier s'adresse à ma femme, Manel, pour son soutien quotidien, sa motivation constante tout au long de cette thèse, et ses encouragements incessants.

Enfin, je tiens à remercier mes parents, mon frère et ma sœur pour leur présence et leur soutien indéfectible.

## DÉDICACES

*Je dédie ce travail à ma chère femme, pour son soutien indéfectible, ainsi qu'à mes parents, mon frère et ma sœur, pour leur encouragement constant et leur présence réconfortante tout au long de mon parcours.*

## **RÉSUMÉ**

Cette thèse explore principalement deux axes : l'influence de la porosité et celle du vieillissement sur le comportement mécanique des composites à base de fibres naturelles, en particulier le lin/époxy. La première partie de l'étude évalue l'effet de la porosité sur les échantillons, avec différentes orientations d'empilement, fabriqués pour atteindre un taux de porosité d'environ 25%. Des essais mécaniques de flexion, d'impact et de flexion post-impact ont été réalisés. Les résultats montrent que la porosité a peu d'influence sur la résistance à l'impact, mais altère significativement le comportement en flexion après impact. La deuxième partie concerne la durabilité des composites lin/époxy. Des plaques avec différentes orientations d'empilement et un faible taux de porosité ont été fabriquées et exposées à une chambre de vieillissement accéléré (UV et humidité) pour une durée totale de 1200 heures, avec des prélèvements effectués toutes les 300 heures. Les images MEB et l'analyse infrarouge ont montré une dégradation significative de la surface extérieure des échantillons étudiés. Ainsi, les essais de traction et d'impact révèlent que le vieillissement accéléré affecte considérablement la résistance à la traction et à l'impact. Enfin, une analyse par éléments finis a été présentée, utilisant le logiciel Abaqus Explicit, dans le but de développer un modèle prédictif de la force maximale due à l'impact. Cette modélisation constitue une avancée significative pour la prédiction et l'amélioration de la résilience des composites à base de fibres naturelles.

## **ABSTRACT**

This thesis primarily explores two aspects: the influence of porosity and the effects of aging on the mechanical behavior of natural fiber-based composites, specifically flax/epoxy. The first part of the study assesses the impact of porosity on the mechanical properties of flax/epoxy composites with various stacking directions, manufactured with a 25% void content. Flexural, low-velocity impact, and post-impact flexural tests were conducted. The results indicate that porosity minimally affects impact resistance but significantly alters post-impact bending behavior. The second part focuses on the durability of flax/epoxy composites. Plates with various stacking directions and a low porosity rate were manufactured and subjected to accelerated aging in a chamber simulating UV light and humidity exposure for a total duration of 1200 hours, with sample evaluations every 300 hours. SEM images and infrared analysis revealed significant degradation on the outer surface of the analyzed samples. Consequently, tensile and impact tests demonstrate that accelerated aging considerably reduces both tensile

and impact resistance. Finally, a finite element analysis was conducted using the Abaqus Explicit software, aiming to develop a predictive model for the maximum impact force. This model represents a significant advancement in predicting and enhancing the resilience of natural fiber-based composites.

## Table des matières

REMERCIEMENTS .....	III
DÉDICACES .....	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT.....	V
Chapitre I. Introduction .....	19
I.1 Mise en contexte .....	19
I.2 Problématique .....	20
I.3 Objectifs.....	21
I.4 Organisation de la thèse.....	21
Chapitre II. Les composites à fibres de lin : Aspects généraux .....	24
II.1 Partie I : Les composites à fibres de lin.....	24
II.1.1 Les fibres naturelles .....	24
II.1.2 Structure et composition chimique de la fibre de lin .....	25
II.1.3 Propriétés mécaniques des fibres de lin .....	29
II.1.4 Procéder de fabrication des composites à fibres de lin .....	31
II.1.5 Propriétés mécaniques des composites à fibres de lin .....	33
II.2 Partie II : Les défauts liés à la fabrication .....	35
II.2.1 Le défaut de porosité.....	35
II.2.2 Les types de porosités .....	36
II.2.3 L'impact de la porosité sur les propriétés mécaniques des composites .....	37
II.2.4 Relation entre la pression de cuisson et le taux de porosité.....	38
II.3 Partie III : Le vieillissement des composites à fibre naturelle.....	40
II.3.1 Vieillissement hydrique.....	40
II.3.2 Vieillissement naturel.....	42
II.3.3 Vieillissement accéléré.....	43



II.4	Partie IV : Les essais d'impact à basse vitesse .....	47
II.4.1	Théorie de l'essai d'impact.....	48
II.4.2	Influence de l'orientation des plis .....	54
II.4.3	Endommagements externes et internes des composites à fibres de lin sous impact à basse vitesse.....	57
II.5	Partie V : La modélisation numérique .....	60
II.5.1	La modélisation numérique.....	60
II.5.2	Modélisation du matériau et des critères de rupture .....	61
II.5.3	Évolution de l'endommagement .....	62
II.5.4	Les travaux de la littérature sur la modélisation numérique de l'impact à basse vitesse	63
II.6	Conclusions .....	68
Chapitre III. Méthodologie .....		72
III.1	Partie I : Analyse de l'influence de la porosité .....	72
III.1.1	Matériaux et échantillons .....	72
III.1.2	Test d'impact à faible vitesse.....	74
III.1.3	Flexion trois-points .....	75
III.1.4	Tomographie à rayons X.....	76
III.1.5	Calcul du taux de porosité utilisant la Tomographie à rayons X.....	77
III.2	Partie II : Analyse de l'influence du vieillissement accéléré.....	78
III.2.1	Matériaux et échantillons .....	79
III.2.2	Processus du vieillissement accéléré.....	80
III.2.3	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) .....	81
III.2.4	Microscopie à balayage électronique MEB .....	82
III.2.5	Essais de traction.....	83
III.2.6	Étude de l'impact à basse vitesse : Cas des échantillons vieillis .....	83
III.3	Conclusion .....	84
Chapitre IV. Effet de la porosité sur le comportement mécanique du lin/époxy .....		87

IV.1	Calcul du taux de porosité .....	87
IV.2	Test d'impact à basse vitesse .....	87
IV.3	Endommagements visuels .....	92
IV.4	Endommagements internes – Tomographie à rayons X .....	95
IV.5	Classification de l'endommagement .....	98
IV.6	Tolérance aux dommages – flexion trois points : avant et après impact .....	99
IV.6.1	Flexion avant impact.....	99
IV.6.2	Flexion après impact.....	100
IV.7	Modélisation numérique de l'impact.....	103
IV.8	Conclusion.....	108
Chapitre V. Effet du vieillissement accéléré sur le comportement mécanique du lin/époxy		
110		
V.1	Calcul du taux de porosité .....	110
V.2	Aspet visuel du vieillissement .....	111
V.3	Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) .....	111
V.4	Test de traction avant et après vieillissement .....	113
V.5	Test d'impact avant et après vieillissement .....	118
V.6	Conclusions .....	124
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....		127
REFERENCES.....		129
ANNEXE 1 : Cartographie de l'endommagement observé par tomographie RX .....		141
ANNEXE 2 : Différentes zones de rupture lors de la perforation d'une plaque stratifiée : région I, cisaillement des fibres ; région II, rupture des fibres en traction ; région III, rupture des fibres en traction et délaminage [123]......		142
ANNEXE 3 : Comparaison de la résistance à l'impact pour la configuration UFE à une énergie d'impact 10 J [98]. .....		142

ANNEXE 4 : Calcul de l'énergie absorbée par l'échantillon impacté, mesurée à l'aide de la machine : Instron 3950.....	143
ANNEXE 5 : Équations de Hertz.....	144
ANNEXE 6: Article 1: .....	145
ANNEXE 7 : Article 2 .....	158
CONTRIBUTIONS.....	168

## Liste des Figures

Figure I-1 Cycle de vie d'un matériau .....	20
Figure II-1. Classification des fibres naturelles [5]. .....	25
Figure II-2. Représentation schématique de la structure microscopique de la fibre de lin [11]. .....	26
Figure II-3. Structure de la cellulose [12]. .....	27
Figure II-4. Exemple de molécules d'hémicelluloses liées à la cellulose [12]. .....	27
Figure II-5. Structure de la lignine [12]. .....	28
Figure II-6. Comparaison de la résistance spécifique et de la rigidité des fibres naturelles avec celles des fibres synthétiques les plus résistantes [76]. .....	30
Figure II-7. Processus de fabrication par autoclave [87]. .....	32
Figure II-8. Principe du procédé RTM [87]. .....	33
Figure II-9. Principe du moulage par compression [21]. .....	33
Figure II-10. Influence du procédé de fabrication sur les propriétés en traction des composites [22]. .....	34
Figure II-11. Micrographies montrant différentes caractéristiques et types de porosité [32]. .	36
Figure II-12. Micrographies montrant différentes caractéristiques et types de porosité [30]. .	37
Figure II-13. Courbes des variations relatives de la résistance en cisaillement inter-laminaire en fonction du taux de porosités pour des composites carbone/époxy [37]. .....	38
Figure II-14. Relation entre la résistance et le taux des vides (et la pression de cuisson). [82] .....	39
Figure II-15. Relation entre le module en flexion et en traction et le taux de vide (et la pression de cuisson). [82] .....	39
Figure II-16. Formation de l'endommagement dû à l'eau : a) gonflement de la fibre végétale, la zone grise représentant des contraintes formées dans la matrice, b) relaxation des contraintes, c) contraction de la fibre au séchage.[1].....	41
Figure II-17. Effet de l'eau sur l'interface fibre végétale/matrice [39]. .....	41
Figure II-18. Image de Microscopie électronique à balayage montrant la surface des WPC (Wood-Plastique Composites) non coextrudés (colonne de gauche) et des WPC coextrudés (colonne de droite) en fonction des temps d'exposition aux rayons UV : (a et f) 0 h, (b et g) 432 h, (c et h) 744 h, (d et i) 1392 h [51]. .....	43
Figure II-19. Schématisation d'une machine de vieillissement accéléré de Q-Lab avec (a) en mode condensation (b) en mode aspersion (pulvérisation) [56]. .....	44

Figure II-20. Dégradation par UV des matériaux composites à fibres naturelles [46].	45
Figure II-21. La paroi cellulaire responsable des propriétés mécaniques des fibres lignocellulosiques [46].	45
Figure II-22. La couleur des composites à différentes heures d'exposition : (a) 0 h, (b) 500 h, (c) 1000 h et (d) 1500 h [58].	46
Figure II-23. Comparaison des propriétés mécaniques des échantillons de composites avant et après vieillissement [60].	47
Figure II-24. Comportement en compression après impact d'un composite stratifié monolithique carbone-époxy T300/914.	48
Figure II-25. Protocole expérimental du test d'impact à basse vitesse [64].	49
Figure II-26. Courbe déplacement/temps lors d'un impact [68].	49
Figure II-27. Courbe déplacement/temps lors d'un impact [67].	50
Figure II-28. Courbe force/déplacement lors d'un impact [68].	51
Figure II-29. Illustration par un schéma des différents cas des courbes force/déflexion avec : (a) pénétration dans une plaque épaisse, (b) initiation de la perforation dans une plaque mince, et (c) perforation complète dans une plaque mince [70].	52
Figure II-30. Courbe force/déplacement typique lors d'un impact [71].	53
Figure II-31. Tests d'impact sur composite chanvre/époxy. (a) Force de contact en fonction du déplacement (ou pénétration) de l'impacteur dans l'échantillon. [72].	54
Figure II-32. Exemple de courbe énergie-temps pour un essai d'impact [73].	54
Figure II-33. Comparaison de l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact pour les deux séquences d'empilement [72].	55
Figure II-34. Comparaison de la force de perforation pour les différentes dispositions de plis dans le stratifié. [74].	56
Figure II-35. Propagation de la fissure en entrée et en sortie de la plaque pour les deux séquences d'empilement utilisées [75].	57
Figure II-36. Longueur de la fissure en fonction de l'énergie d'impact. [73].	58
Figure II-37. Vu arrière de l'échantillon QI_0 avec différent niveau d'énergie a) 2 J, b) 4 J, c) 6 J, d) 8 J, e) 10 J. [73]	59
Figure II-38. Propagation de la fissure en profondeur pour les deux séquences d'empilement [75].	59
Figure II-39. Principe de la modélisation numérique [88].	60
Figure II-40. Évolution de l'endommagement des fibres en tension [91].	62

Figure II-41. Modélisation numérique d'un test d'impact avec a) impacteur plat, b) impacteur rond [92].	64
Figure II-42. Géométrie et conditions aux limites de la simulation numérique [94].	65
Figure II-43. a) Le délaminage dans l'interface 0/90 à la fin de la simulation, b) comparaison entre les résultats du délaminage numérique et expérimental [94].	65
Figure II-44. Géométrie et conditions aux limites du modèle numérique [95].	66
Figure II-45. Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques prédits à différentes impact énergies [95].	67
Figure II-46. Disposition du maillage dans la modélisation numérique [96].	67
Figure II-47. Résultat correspondant à la zone endommagée [96].	68
Figure III-1. Les différentes séquences d'empilement étudiées.	73
Figure III-2. Préparation de la plaque lin/époxy, a) préparation du moule, b) presse hydraulique, c) découpage des échantillons par jet d'eau abrasif, d) Échantillon.	73
Figure III-3. Configuration expérimentale pour le test d'impact « Instron 9350 ».	75
Figure III-4. Configuration expérimentale pour le test de flexion après impact « Instron U150-LM ».	76
Figure III-5. Micro-tomographe à rayons X EasyTom 130.	77
Figure III-6. Quantification de la porosité. Étape 1 : reconstruction des images tomographiques en utilisant le logiciel 3D Slicer. Étape 2 : calcul de la porosité en utilisant le logiciel ImageJ.	78
Figure III-7. Accélérateur de vieillissement « Qlab ».	80
Figure III-8. Cycle de vieillissement accéléré.	81
Figure III-9. FTIR Nicolet™ iS™.	82
Figure III-10. Microscope électronique à balayage (MEB) (Hitachi SU1510).	82
Figure III-11. Montage du test de traction 'Instron LM-U150'.	83
Figure III-12. Structure du travail experimental	85
Figure IV-1. Comparaison des courbes force-déplacement pour les différentes séquences d'empilements à des énergies d'impact de 2,7 J et 10 J.	89
Figure IV-2. Comparaison des courbes force-déplacement pour les différentes séquences d'empilements à des énergies d'impact de 15 J et 25 J.	89
Figure IV-3. Energie absorbée en fonction de l'énergie d'impact.	90
Figure IV-4. Résultats obtenus à partir des tests d'impact pour les séquences d'empilements CFE, QFE et AFE.	91

Figure IV-5. Endommagements visuels sur les faces avant et arrière des échantillons impactés à différents niveaux d'énergie.....	94
Figure IV-6. Analyse tomographique de l'endommagement interne à $E_{imp} = 2.7$ J, avec A) CFE, B) QFE et C) AFE.....	96
Figure IV-7. Analyse tomographique de l'endommagement interne à $E_{imp} = 10$ J, avec A) CFE, B) QFE et C) AFE. ....	97
Figure IV-8. Classification de l'endommagement [109].....	98
Figure IV-9. Comparaison du comportement en flexion des trois configurations d'empilements. ....	100
Figure IV-10. Comparaison du comportement en flexion avant et après impact avec, A) CFE, B) QFE, C) AFE. ....	102
Figure IV-11. Géométrie et conditions aux limites du modèle numérique. ....	104
Figure IV-12. Comparaison des résultats numériques et expérimentaux pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J, avec : A) Analyse de sensibilité du maillage et B) Comparaison des résultats numériques et expérimentaux.....	106
Figure IV-13. Comparaison des résultats de tomographie et numériques pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J.....	106
Figure IV-14. Comparaison des cartographies de l'endommagement interne de tomographie et numériques pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J. ....	107
Figure V-1. Les différentes configurations de lin/époxy sous différents intervalles de vieillissement.....	111
Figure V-2. Images MEB de la dégradation de surface pour les trois configurations : UFE, CFE et QFE à différentes durées d'exposition. ....	112
Figure V-3. Comparaison du spectre FTIR (Transmittance en fonction du nombre d'onde) pour une séquence d'empilements pour les prélèvements de 0 h à 1200 h.....	113
Figure V-4. Courbes contrainte-déformation pour les configurations UFE, CFE et QFE à 0, 600 et 1200 h de temps de vieillissement.....	115
Figure V-5. Évolution des propriétés mécaniques normalisés en traction pour les trois configurations : (a) Module de traction ( $E_t$ ), (b) Résistance à la traction ( $\sigma_t$ ), et (c) déformation à la rupture ( $\epsilon_t$ ).....	117
Figure V-6. Image MEB (x100) illustrant la surface de rupture par traction pour les trois configurations, observée à divers intervalles de vieillissement (0 h, 600 h, 1200 h).....	118
Figure V-7. Courbe Force-Déplacement pour les trois configurations avant et après le cycle de vieillissement de 1200 h. ....	119

Figure V-8. Propriétés mécaniques normalisées pour les trois configurations de lin/époxy en fonction du temps d'exposition avec a) la force d'impact, b) le déplacement maximal et c) l'énergie absorbée.....	120
Figure V-9. Observation détaillée des dommages visuels sur les échantillons après impact, révélant les endommagements subis. ....	122
Figure V-10. Analyse tomographique de l'endommagement interne de la configuration UFE à $E = 3 \text{ J}$ pour un intervalle de vieillissement de 600h et 1200 h.....	123
Figure V-11. Analyse tomographique de l'endommagement interne de la configuration QFE à $E = 3 \text{ J}$ pour un intervalle de vieillissement de 600h et 1200 h.....	124



## Liste des tableaux

Tableau II-1. Composition chimique des fibres végétales. ....	28
Tableau II-2. Comparaison des propriétés mécaniques des fibres naturelles avec la fibre de verre [14]. ....	29
Tableau II-3. Composition chimique de la fibre de lin.....	31
Tableau II-4. Travaux sur les méthodes de fabrication des composites à fibre de lin.....	35
Tableau II-5. Propriétés mécaniques du composite lin/époxy. ....	35
Tableau II-6. Propriétés du matériau graphite/époxy ainsi que de l'interface entre les plis [95]. ....	66
Tableau II-7. Les propriétés du contact [96]. ....	68
Tableau III-1. Éprouvettes en lin/époxy pour la partie expérimentale fabriquées à Toulouse, France, avec un taux de porosité élevé.....	74
Tableau III-2. Éprouvettes en lin/époxy pour la partie expérimentale fabriquées à Toronto, Canada, avec un faible taux de porosité. ....	80
Tableau IV-1. Calcule du taux de porosité. ....	87
Tableau IV-2. Comparaison de la force maximale à 10 J d'énergie d'impact pour différentes configurations de composites lin/époxy : étude actuelle et Littérature. ....	92
Tableau IV-3. Propriétés mécaniques du lin/époxy pour la modélisation numérique [98, 111-112]. ....	104
Tableau V-1. Calcule du taux de porosité.....	110
Tableau V-2. Paramètres obtenus à partir des tests de traction pour les trois configurations UFE, CFE et QFE sur l'ensemble des périodes de vieillissement, allant de 0 à 1200 heures.....	116
Tableau V-3. Paramètres obtenus à partir des tests d'impact pour les trois configurations UFE, CFE et QFE sur l'ensemble des périodes de vieillissement, allant de 0 à 1200 heures.....	121

## **Liste des abréviations**

**CFE:** Cross-ply Flax Epoxy

**QFE:** Quasi-iso Flax Epoxy

**AFE:** Angled-ply Flax Epoxy

**UFE:** Unidirectional Flax Epoxy

**MEB:** Microscopie Électronique à Balayage

**FTIR:** Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

**UV :** Ultra-Violet

# **CHAPITRE I.**

## **INTRODUCTION**

# Chapitre I. Introduction

## I.1 Mise en contexte

Les composites renforcés par des fibres naturelles émergent comme des alternatives prometteuses aux matériaux composites à fibres synthétiques en raison de leurs avantages environnementaux, leur coût réduit et leurs propriétés mécaniques comparables. Parmi les fibres naturelles, la fibre de lin se distingue particulièrement et fait l'objet d'une attention considérable dans la recherche et l'industrie. Les fibres de lin sont largement documentées dans la littérature comme renfort pour les matériaux composites grâce à leur excellente propriété mécanique. Cette supériorité est principalement attribuée à la haute proportion de cellulose dans les fibres de lin, laquelle est directement responsable de l'amélioration des propriétés mécaniques. En outre, le coût relativement faible des fibres de lin, comparé à celui d'autres fibres naturelles ou synthétiques, offre un avantage économique significatif, favorisant ainsi leur adoption dans diverses applications industrielles.

**Figure I-1** illustre le cycle de vie d'un matériau composite, montrant que ce dernier traverse plusieurs phases principales au cours de son existence. Chaque étape présente des défis spécifiques susceptibles de compromettre l'intégrité et les performances du matériau.

Pendant la phase de fabrication, divers défauts peuvent apparaître, tels que la porosité et les défauts de surface, intrinsèques aux processus de fabrication des composites. Ces imperfections sont souvent liées aux conditions de fabrication, notamment la pression et la température, qui jouent un rôle crucial dans la qualité finale du produit. Une optimisation rigoureuse de ces paramètres est essentielle pour minimiser les risques et garantir une résistance mécanique et une durabilité optimale.

La phase d'utilisation expose la pièce à des environnements potentiellement hostiles, où des facteurs tels que les rayonnements ultraviolets (UV) et l'humidité peuvent accélérer le processus de dégradation. Ce phénomène est principalement dû au faible pourcentage de lignine dans la fibre de lin et à son comportement hydrophile.

Enfin, la fin de vie de la pièce en composite à fibres de lin soulève des considérations environnementales cruciales, notamment en termes de recyclabilité et de gestion des déchets. La capacité à réintégrer efficacement ces matériaux dans de nouveaux cycles de production ou

à les éliminer de manière écologique constitue un enjeu majeur pour le développement durable des composites à fibres naturelles.

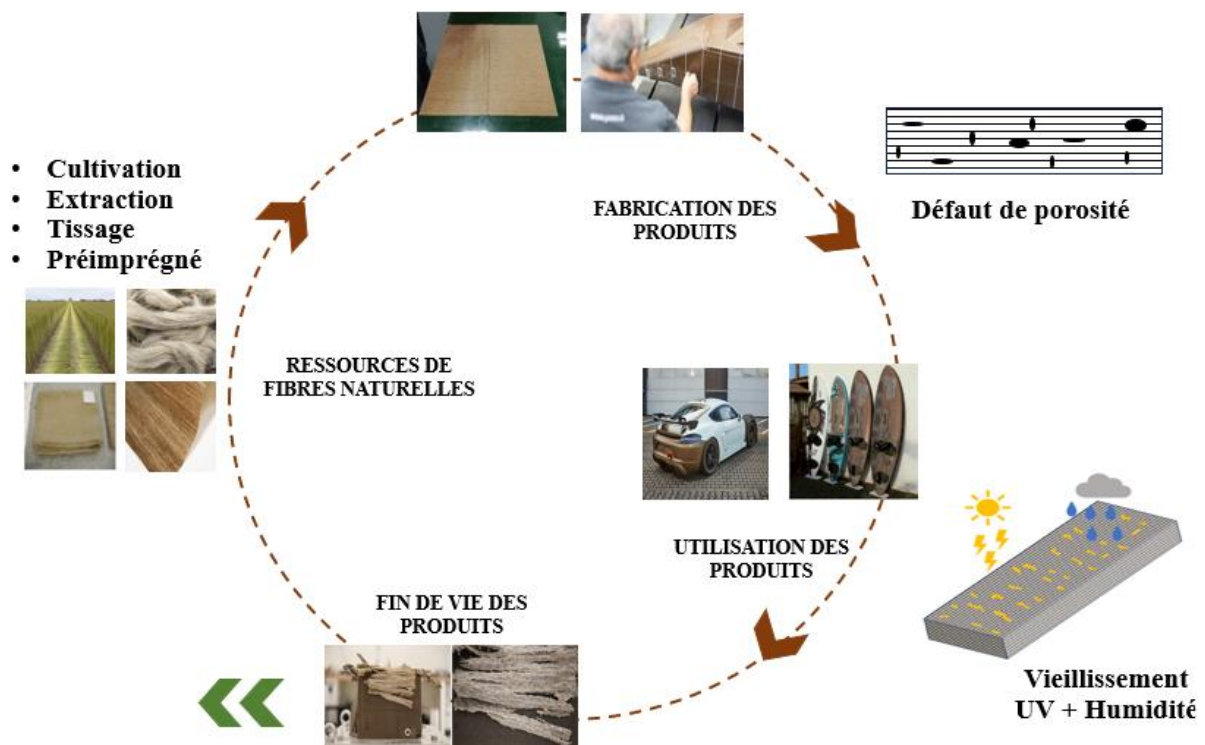


Figure I-1 Cycle de vie d'un matériau

## I.2 Problématique

Les composites en général et principalement ceux renforcés par des fibres de lin montrent une sensibilité notable aux chargements d'impacts, comme la chute accidentelle d'outils lors des opérations de maintenance industrielle. Lorsqu'un composite stratifié à fibres de lin est soumis à un impact de faible vitesse, cela peut occasionner des dommages internes difficiles à détecter visuellement, comme le délaminage des couches internes et les microfissures. Ces dommages entraînent une diminution significative des propriétés résiduelles du matériau, affectant sa résistance aux chargements comme la compression, la flexion ainsi que la traction. Cette vulnérabilité aux dommages est accentuée par la présence de défauts provenant du processus de fabrication, tels que les vides, et par les défauts qui se développent durant l'utilisation, résultant de la dégradation sous l'effet des rayonnements UV et de l'humidité. Notamment, la dégradation accrue sous l'exposition aux UV peut être attribuée à la faible teneur en lignine des fibres de lin, ce qui réduit leur capacité à résister aux agressions climatiques. Ces éléments augmentent les risques de dégradation interne, compromettant ainsi la résistance et la longévité des composites à fibres de lin.

### **I.3 Objectifs**

- Évaluer l'effet de la porosité, résultant du processus de fabrication, sur le comportement en impact et post-impact du composite lin/époxy, incluant un test de flexion après impact pour l'évaluation des dommages résiduels. Cette analyse vise à comprendre dans quelle mesure les vides et les autres imperfections, introduits lors de la fabrication, influencent non seulement la résistance initiale du composite face à un impact, mais également sur sa capacité à retenir des propriétés mécaniques après l'événement. Le test de flexion après impact est particulièrement critique pour appréhender les dommages internes non apparents visuellement, offrant une mesure concrète de l'impact de la porosité sur la durabilité et l'intégrité structurelle du composite. Cette partie vise également à développer un modèle par éléments finis dans Abaqus/Explicit, conçu pour prédire les dommages et le chargement maximal supporté par le composite.
- Examiner l'effet de l'exposition du composite à base de lin/époxy à un vieillissement accéléré sous un cycle hybride (UV + Humidité) sur le comportement en traction et en impact. Cette partie de l'étude se concentre sur la dégradation des propriétés mécaniques du composite après une exposition prolongée à un environnement simulant des conditions réalistes de vieillissement. Le but est d'identifier les modifications dans le comportement en traction et en impact, fournissant des indications précieuses sur la résistance du matériau aux facteurs environnementaux adverses et sur sa durabilité à long terme.

### **I.4 Organisation de la thèse**

Cette thèse se structure autour de six chapitres, visant à explorer en profondeur les propriétés mécaniques du lin/époxy.

Le premier chapitre introduit le contexte et définit les objectifs poursuivis par cette recherche, établissant ainsi les fondations de notre étude. Le deuxième chapitre est consacré à une revue de la littérature, où nous discutons le choix des matériaux et examinons les travaux antérieurs pertinents à notre sujet de recherche.

Le troisième chapitre détaille la méthodologie adoptée pour notre investigation, posant les bases des techniques et des approches analytiques employées. Dans le quatrième chapitre, nous analysons l'effet de la porosité sur les propriétés mécaniques du matériau, un aspect crucial pour comprendre son comportement en conditions réelles, Cette partie comporte une modélisation numérique et une comparaison des cartographies de l'endommagements par tomographie et par

éléments finis. Le cinquième chapitre s'attache à évaluer l'impact du vieillissement accéléré sur la résistance mécanique du lin/époxy, à travers des essais de traction et d'impact, afin de déterminer sa durabilité et sa fiabilité à long terme.

Cette thèse ambitionne de contribuer significativement à la connaissance des composites lin/époxy, en fournissant une analyse détaillée de leurs performances mécaniques et en ouvrant la voie à de nouvelles applications dans le domaine de l'ingénierie.

**Chapitre II.**  
**Les composites à fibres de lin : Aspects  
généraux**



## **Chapitre II. Les composites à fibres de lin : Aspects généraux**

L'utilisation croissante des fibres naturelles lignocellulosiques en tant que renfort dans les composites connaît actuellement un développement rapide. Ces composites présentent plusieurs avantages en termes de propriétés mécaniques et de réduction de poids [1-2]. Ils contribuent à une réduction significative des coûts (jusqu'à 20 %) et du poids (jusqu'à 30 %) des véhicules [3-4]. De plus, ces fibres naturelles offrent un avantage environnemental en étant écologiques, en provenant de sources renouvelables et en présentant des coûts de fabrication inférieurs à ceux des fibres synthétiques. Par conséquent, elles ont été intégrées dans divers domaines, tels que l'industrie automobile, les équipements sportifs, la construction et même l'aéronautique. Les composites à base de fibres naturelles trouvent progressivement leur place dans divers domaines d'utilisation où leurs avantages sont particulièrement pertinents, contribuant ainsi à la réduction des émissions de gaz à effet de serre [5-6].

### **II.1 Partie I : Les composites à fibres de lin**

#### **II.1.1 Les fibres naturelles**

La **Figure II.1** illustre un cadre systématique pour la classification des fibres naturelles, les segmentant en trois catégories distinctes : fibres animales, végétales et minérales. Au sein de cette hiérarchie, les fibres libériennes, constituent une sous-catégorie spécifique des fibres végétales. Parmi elles, la fibre de lin est particulièrement mise en avant, car elle constitue l'objet principal de l'étude.

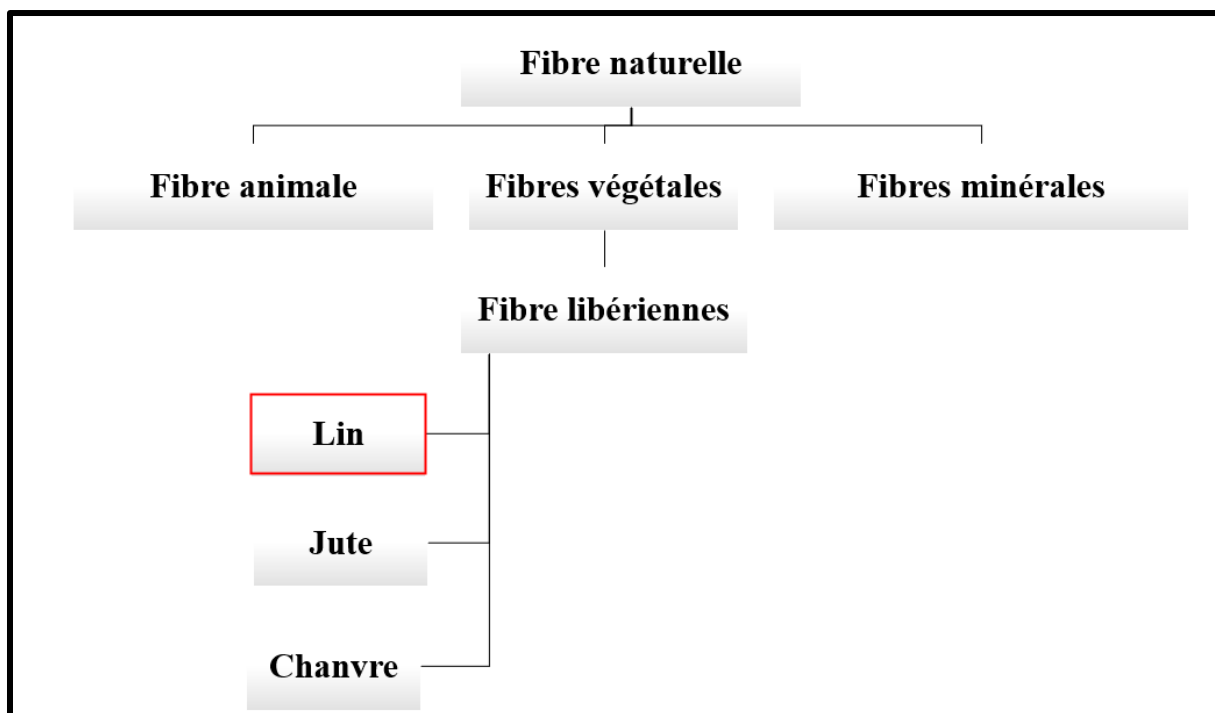


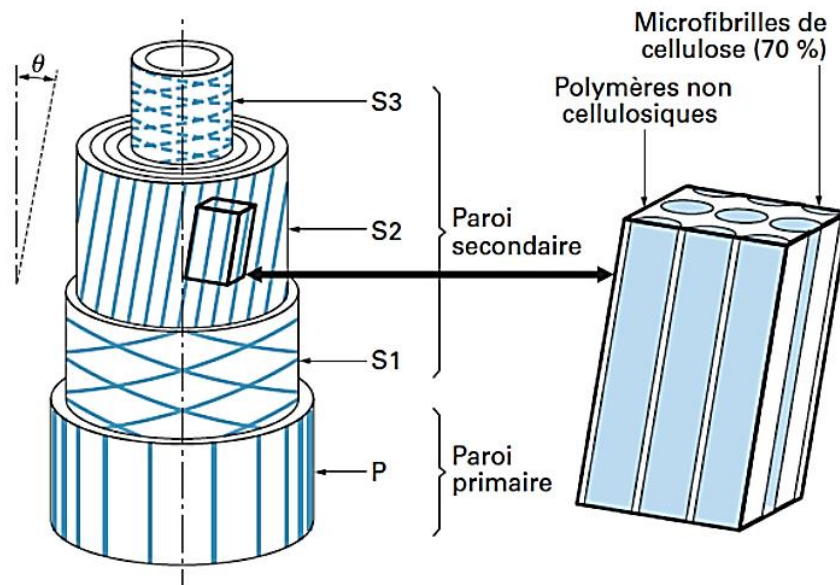
Figure II-1. Classification des fibres naturelles [5].

### II.1.2 Structure et composition chimique de la fibre de lin

Les fibres végétales se composent essentiellement de lignine, de cellulose et d'hémicellulose, ainsi que d'autres composés extractibles, tels que des protéines et certains composés inorganiques, avec des pourcentages différents, mettant en évidence les différences des propriétés mécaniques entre les différentes fibres naturelles issues des plantes [6, 8]. Ces dernières sont utilisées dans plusieurs domaines, tels que le transport et l'habitat [9-10]. Ceci est dû à leurs caractéristiques mécaniques, mais il y a aussi certains aspects environnementaux qui entrent en jeu, car les fibres végétales sont biodégradables comparées aux fibres synthétiques, ainsi que leurs coûts de fabrication, qui sont plus faibles.

La fibre de lin est un composite multicouche, composé de parois cylindriques concentriques. Elle se compose de parois primaires (P) et secondaires (S), ces dernières divisées en trois couches (S1, S2, S3), avec un lumen au centre pour la circulation de l'eau, indiquant la maturité et la qualité de la fibre, spécifique aux fibres naturelles [10]. La Figure II-2 illustre la microstructure d'une fibre de lin d'environ 20  $\mu\text{m}$  de diamètre. La paroi primaire S1 contient peu de cellulose (8 à 14% en proportion massique) et très élastique. En revanche, la paroi secondaire S2 qui est la plus épaisse et principalement en cellulose, influence fortement le comportement mécanique. La cellulose est une macromolécule à motif de cellobiose, liée par

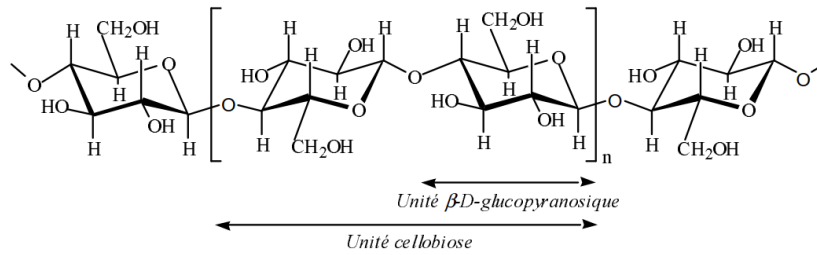
des liaisons hydrogènes, formant des fibrilles parallèles avec un angle  $\theta$  par rapport à l'axe longitudinal. Chaque micro-fibrille est constituée de 30 à 100 chaînes de cellulose qui forment des macro-fibrilles. La structure cristalline confère à la fibre à la fois rigidité et élasticité, ainsi l'angle micro-fibrillaire  $\theta$  influence ses propriétés mécaniques : un angle plus petit rend la fibre plus rigide et résistante, tandis qu'un angle plus élevé augmente son allongement à rupture [11].



**Figure II-2. Représentation schématique de la structure microscopique de la fibre de lin [11].**

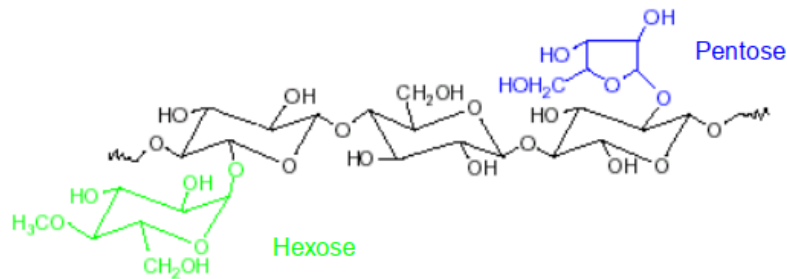
D'une fibre à l'autre, la composition chimique reste sensiblement la même (voir **Tableau II-1**). Chaque constituant de la fibre joue un rôle bien particulier. Ces rôles sont détaillés ci-dessous :

- La cellulose est une macromolécule dont le motif de répétition est la cellobiose liée entre eux par une liaison  $\beta$ 1-4. Les chaînes sont liées entre elles à l'aide de liaisons hydrogène. Chaque microfibrille est constituée de 30 à 100 chaînes de cellulose qui s'agglomèrent et créent des macro-fibrilles. L'agencement de sa structure cristalline lui confère une rigidité importante ainsi qu'un module d'élasticité élevé. La cellulose représente la partie majeure responsable des propriétés mécaniques de la fibre.



**Figure II-3. Structure de la cellulose [12].**

- L'hémicellulose est un regroupement de polysaccharides hydrophiles, qui sont en partie responsables de la prise d'eau de la fibre. Ils assurent le transfert de charge entre les microfibrilles de cellulose et la matrice de pectines. Les molécules d'hémicellulose ont des propriétés élastiques faibles.



**Figure II-4. Exemple de molécules d'hémicelluloses liées à la cellulose [12].**

- Les lignines sont des polymères hydrophobes. Leurs propriétés mécaniques sont variables, selon le taux d'humidité et la température. Il est important que le taux de lignines reste faible dans la fibre de lin, car ils rendent l'extraction des fibres plus difficile.

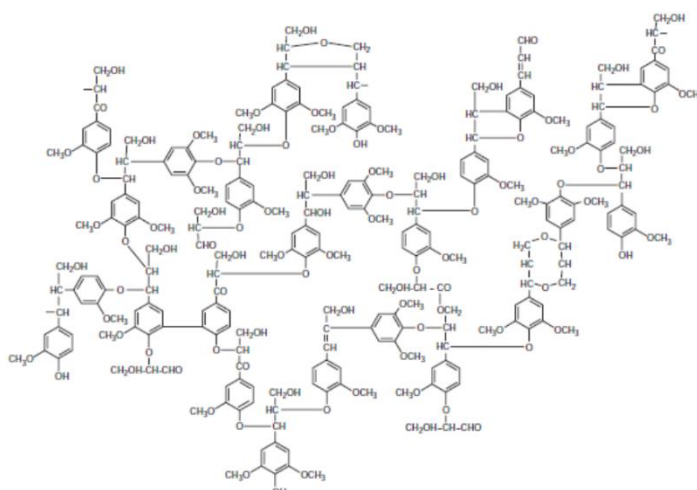


Figure II-5. Structure de la lignine [12].

- Les pectines sont des polysaccharides amorphes (ou hétéropolysaccharides). Ils forment une matrice regroupant les microfibrilles de cellulose et les hémicelluloses. Ces constituants favorisent la présence d'eau et apportent ainsi une plus grande plasticité aux parois des fibres.
- L'eau est absorbée à cause de la présence des pectines. Cela crée un gonflement de l'espace interfibrillaire. L'eau provoque également une perte de rigidité, tandis qu'elle augmente l'allongement à rupture.

Tableau II-1. Composition chimique des fibres végétales.

Fibre	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cires	Références
Lin	70,5	16,5	2,5	0,9	-	[85]
Banane	62,5	12,5	7,5	4	-	[85]
Bambou	34,5	20,5	26	-	-	[85]
Coton	89	4	0,75	6	0,6	[85, 84]
Chanvre	81	20	4	0,9	0,8	[85, 84]
Jute	67	16	9	0,2	0,5	[85]
Kenaf	53,5	21	17	2	-	[85]
Sisal	60	11,5	8	1,2	-	[85]

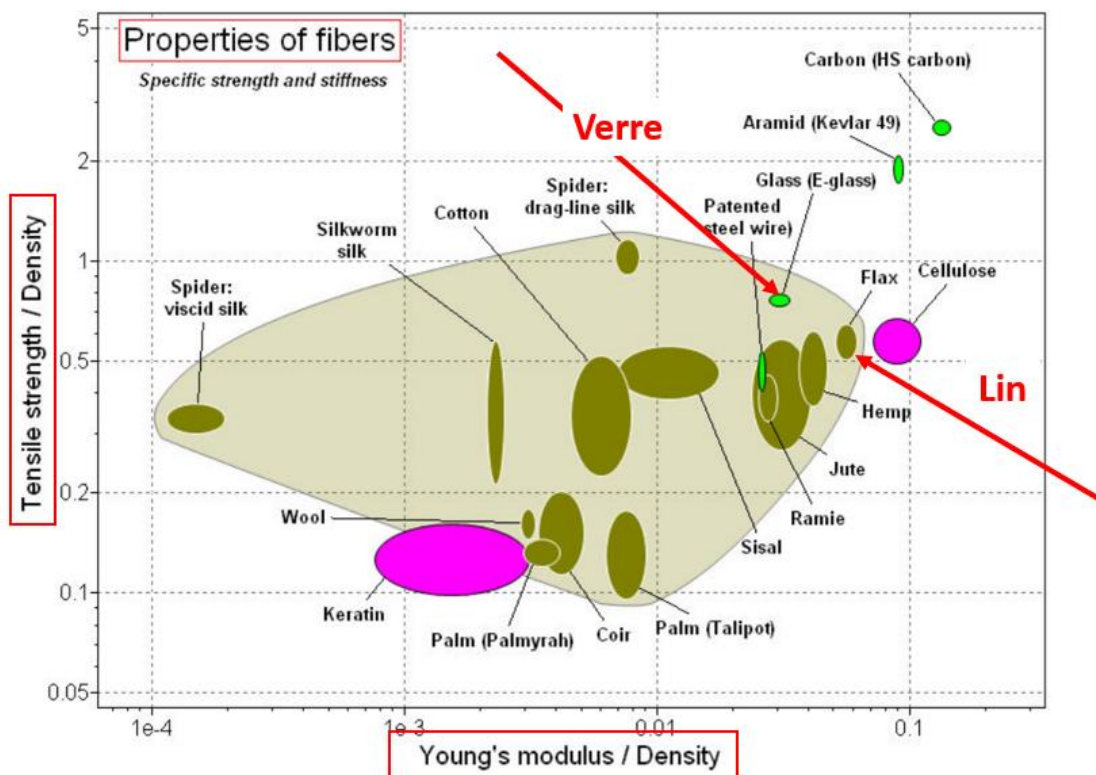
### II.1.3 Propriétés mécaniques des fibres de lin

Le **Tableau II-2** illustre les caractéristiques mécaniques des fibres végétales couramment employées en ingénierie. Il est à noter que les fibres libériennes (telles que le lin, le chanvre et le jute) présentent des propriétés de traction supérieures, avec des modules élastiques variant entre 25 et 100 GPa. En revanche, les fibres issues de feuilles affichent des modules élastiques relativement moindres, entre 6 et 42 GPa. Les fibres de graines se distinguent par des propriétés mécaniques les plus faibles, n'excédant pas 13 GPa. À travers une comparaison approfondie entre les propriétés mécaniques des fibres libériennes, en particulier la fibre de lin, et celles des fibres de verre, il apparaît clairement que la fibre de lin se compare à la fibre de verre en termes d'allongement à la rupture, de module de Young spécifique. Cela signifie que la fibre de lin peut être une alternative compétitive à la fibre de verre dans certaines applications, tout en ayant l'avantage d'une densité plus faible. La disponibilité et les coûts peuvent également influencer le choix entre ces matériaux dans des applications spécifiques et particulièrement dans la fabrication des matériaux composites.

**Tableau II-2. Comparaison des propriétés mécaniques des fibres naturelles avec la fibre de verre [14].**

<b>Fibres</b>	<b>Densité (g.cm<sup>-3</sup>)</b>	<b>Module de Young (GPa)</b>	<b>Module de Young spécifique (GPa. g<sup>-1</sup>.cm<sup>-3</sup>)</b>	<b>Résistance à la traction (MPa)</b>	<b>Résistance spécifique à la traction (MPa. g<sup>-1</sup>.cm<sup>-3</sup>)</b>	<b>Allongement à la rupture (%)</b>
<b>Fibres libériennes</b>						
<b>Lin</b>	1.45-1.55	28-100	19-65	343-1035	237-668	2.7-3.2
<b>Chanvre</b>	1.45-1.55	32-60	22-39	310-900	214-581	1.3-2.1
<b>Jute</b>	1.35-1.45	25-55	19-38	393-773	291+-533	1.4-3.1
<b>Fibres de feuilles</b>						
<b>Sisal</b>	1.4-1.45	9.0-28	6.0-19	347-700	248-483	2.0-2.9
<b>Ananas</b>	1.44-1.56	6.0-42	4.0-27	170-727	118-466	0.8-1.6
<b>Banane</b>	1.30-1.35	8.0-32	6.0-24	503-790	387-585	3.0-10
<b>Fibres de graines</b>						
<b>Coton</b>	1.5-1.60	5.0-13	3.0-8	287-597	191-373	6.0-8
<b>Noix de coco</b>	1.1-1.2	4.0-6	3.0-5	131-175	119-146	15-30
<b>Autres</b>						
<b>Bambou</b>	0.6-1.10	11.0-30	18-27	140-230	210-233	1.3
<b>Verre</b>	2.55	78.5	31	1956	767	2.5

Le graphique d'Ashby [76] de la **Figure II-6** compare les performances de traction et module spécifiques de diverses fibres naturelles (provenant d'animaux et de plantes) avec des fibres synthétiques. Il ressort de cette analyse que de nombreuses fibres végétales, notamment le lin, se distinguent par une rigidité spécifique en traction supérieure à celle du verre E, une fibre synthétique couramment utilisée. Cette observation souligne l'efficacité potentielle des fibres naturelles, comme le lin, en tant qu'alternatives aux fibres synthétiques dans certaines applications, en particulier là où la rigidité spécifique est un critère crucial.



**Figure II-6. Comparaison de la résistance spécifique et de la rigidité des fibres naturelles avec celles des fibres synthétiques les plus résistantes [76].**

Au sein de cette vaste catégorie, nous avons choisi de nous pencher sur les fibres de lin, une démarche qui trouve sa justification dans la composition chimique singulière de la fibre de lin. En effet, le lin se distingue par sa richesse en cellulose comme la montre le **Tableau II-3**, constituant environ 62-85% de sa composition totale. Cette abondance de cellulose confère au lin un potentiel considérable en tant que renfort dans les composites, étant donné que la cellulose est largement reconnue comme le composant prépondérant responsable des propriétés mécaniques. Les résultats du tableau nous montrent qu'il existe une grande dispersion dans la composition chimique de la fibre de lin, cette dernière revient à plusieurs facteurs dont on cite [30] :

- La géométrie : le diamètre moyen et la longueur des fibres
- Les conditions de croissance : le type de sol ...
- Les étapes d'élaboration : arrachage, séchage, rouissage, teillage...
- Les différents traitements que subit la fibre pendant sa croissance.

**Tableau II-3. Composition chimique de la fibre de lin**

<b>Cellulose (%)</b>	<b>Hémicellulose (%)</b>	<b>Pectine (%)</b>	<b>Lignine (%)</b>	<b>Références</b>
<b>74.93</b>	10.37	-	2.62	<b>[13]</b>
<b>70.5</b>	16.5	0.9	2.5	<b>[84]</b>
<b>62-81</b>	14-19	0.9	2-3	<b>[85]</b>
<b>72</b>	8.15	-	6.52	<b>[86]</b>

#### **II.1.4 Procéder de fabrication des composites à fibres de lin**

Les composites à base de fibre de lin sont reconnus pour leur potentiel en tant que matériaux éco-responsables en raison de la combinaison de leur résistance mécanique et de leur durabilité environnementale. Les fibres de lin se distinguent par leur haute résistance à la traction et leur faible densité, offrant ainsi une alternative viable aux fibres synthétiques en raison de leur origine renouvelable et de leur biodégradabilité. L'incorporation de ces fibres dans des matrices thermodurcissables présente des avantages significatifs, tels qu'une amélioration de l'absorption des chocs et une réduction du poids des composants, ce qui est particulièrement pertinent dans les secteurs de l'automobile et de l'aéronautique pour la réduction de l'empreinte carbone **[16]**

Avant que les fibres naturelles ne soient ajoutées à la matrice afin de former notre composite, elles subissent des procédures de prétraitement destinées à modifier leurs surfaces, facilitant ainsi leur intégration au sein de la matrice. Ces traitements préalables visent à améliorer l'adhérence fibre-matrice, à conférer aux fibres une résistance accrue à l'humidité et à garantir une uniformité des propriétés physiques du composite. La phase de fabrication des matériaux composites représente l'étape initiale précédant les opérations d'usinage et de découpe, adaptées aux applications spécifiques envisagées. Il est par conséquent essentiel que cette phase de production soit exempte de défauts, tels que les imperfections de la matrice, la présence de porosités ou l'apparition de fissures, pour assurer l'intégrité structurelle et la performance du matériau composite final.



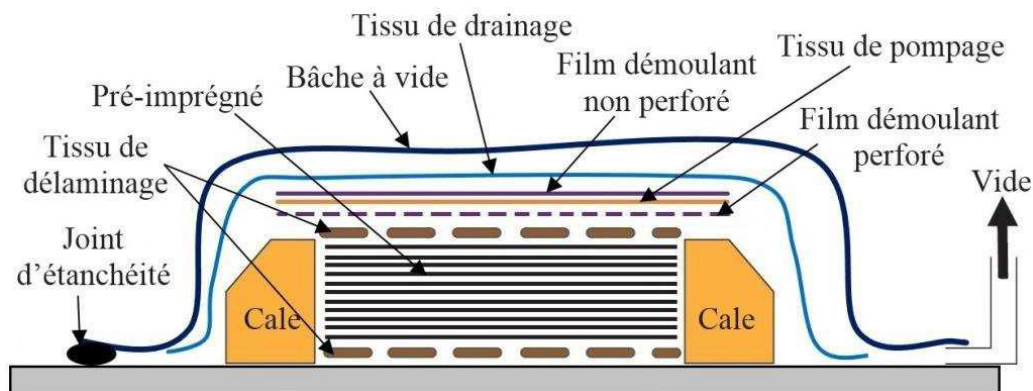
De nombreuses procédures utilisées pour fabriquer des matériaux composites à fibre de lin sont connues dans la littérature. On trouve deux types de procédés [18], les procédés avec moule ouvert et procédés avec moule fermé :

- Le moule ouvert comprend la mise en place manuelle, la pulvérisation, le sac sous vide, l'autoclave, l'enroulement filamentaire et la pultrusion continue.
- Le moule fermé comprend le moulage par injection et le moulage par transfert de résine et le moulage par compression pour les préimprégnés.

Les processus les plus utilisés dans les industries sont brièvement expliqués ci-dessous :

- **Moulage en autoclave**

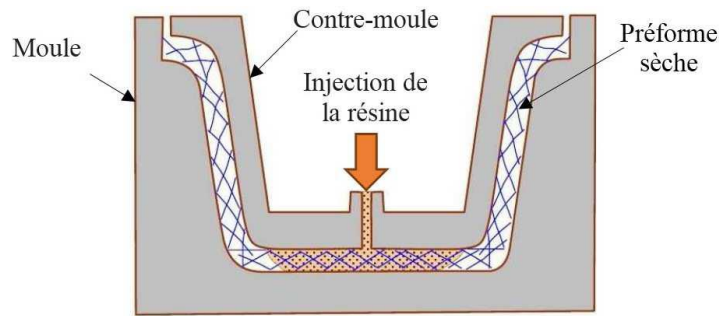
Il s'agit d'un processus très courant dans l'industrie aérospatiale, car il permet un contrôle précis du processus de moulage en raison d'un long cycle de durcissement lent qui dure d'une à deux heures. Ce contrôle précis crée les formes géométriques exactes du stratifié nécessaires pour assurer la résistance et la sécurité dans l'industrie aérospatiale, mais il est également lent et intensif en main-d'œuvre, ce qui signifie que les coûts le confinent souvent à l'industrie aérospatiale [19-20]. (Voir **Figure II-7**)



**Figure II-7. Processus de fabrication par autoclave [87].**

- **L'injection de résine sous pression (Resin Transfer Moulding -RTM)**

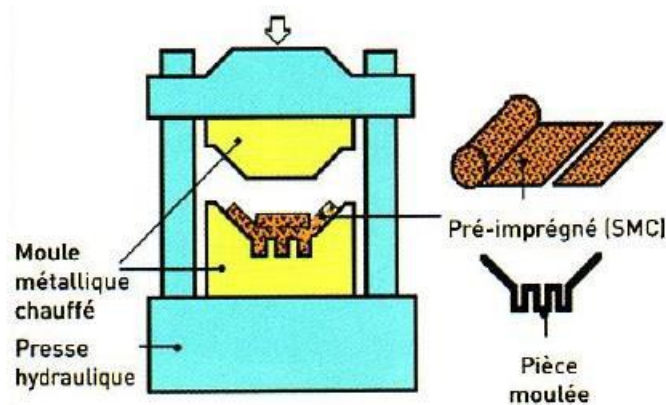
Ce processus implique l'insertion de la préforme fibreuse dans l'espace délimité par un moule et un contre-moule chauffant et rigide. La résine, qui doit présenter une viscosité réduite pour garantir une bonne infiltration au travers de la préforme, est ensuite injectée. (**Figure II-8**)



**Figure II-8. Principe du procédé RTM [87].**

- **Moulage par compression**

Le moulage par compression est un procédé de fabrication utilisé pour former des matériaux composites thermodurcissable. Le processus débute par le placement d'un préimprégné dans un moule chauffé ou qui contient une source de chaleur. Lorsque le moule est fermé, la pression est appliquée, répandant la résine à travers la préforme et éliminant les bulles d'air pour une structure homogène. La chaleur active la polymérisation de la résine, entraînant un durcissement du matériau. Après durcissement sous pression et chaleur, le moule est refroidi, souvent de manière active, et la pièce finie est extraite. Ce procédé est idéal pour produire des pièces à grande échelle avec une excellente intégrité structurale et est fréquemment utilisé dans les secteurs nécessitant des pièces de haute performance, comme l'automobile ou l'aéronautique [21]. (Voir Figure II-9)



**Figure II-9. Principe du moulage par compression [21].**

### II.1.5 Propriétés mécaniques des composites à fibres de lin

La Figure II-10 illustre un diagramme d'Ashby [76], outil analytique permettant de classer les composites en fonction de leurs propriétés mécaniques. Il est à noter que les composites

renforcés par une matrice thermodurcissable, telle que ceux à base de polymères époxydes, affichent des performances mécaniques supérieures par rapport aux composites à matrice thermoplastique. En outre, les composites élaborés à partir de préimprégnés se distinguent par les plus hautes propriétés mécaniques observées, soulignant l'importance de la sélection du type de matrice et de la technique de fabrication dans la détermination des caractéristiques finales du matériau composite [22]. Ainsi Plusieurs travaux (Tableau II-4) ont été publiés concernant l'utilisation de la fibre de lin comme renfort dans les composites à matrice polymère [18-22].

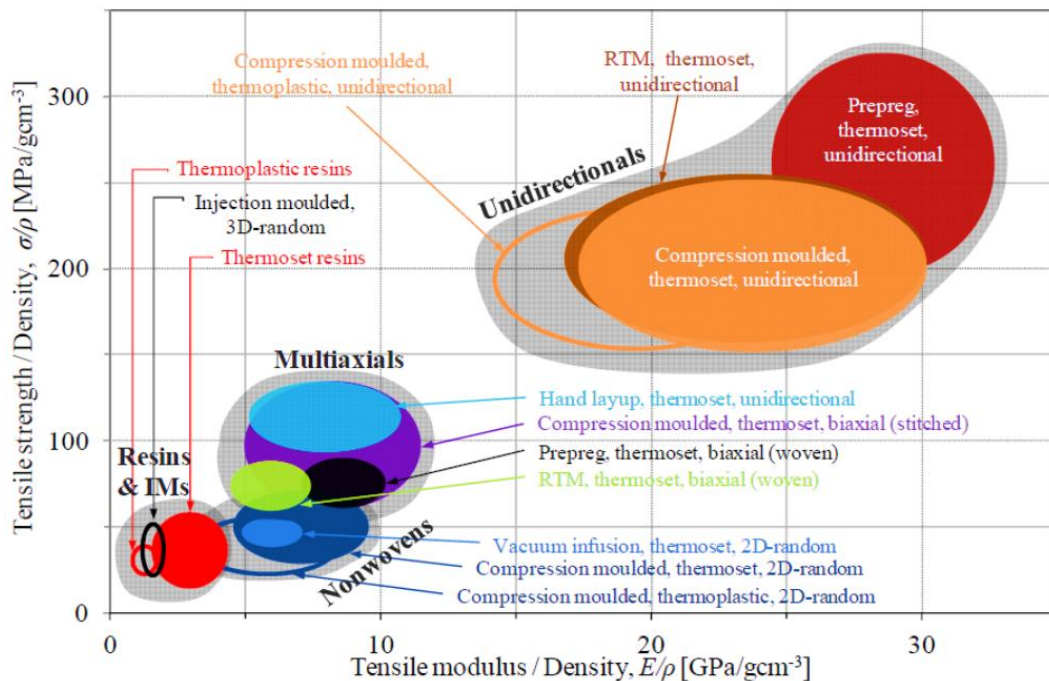


Figure II-10. Influence du procédé de fabrication sur les propriétés en traction des composites [22].

Le Tableau II-4 récapitule les recherches pertinentes concernant les méthodes de fabrication de composites à base de fibres de lin et de résine époxy, en mettant un accent particulier sur l'application du moulage par compression comme technique dominante. Il compile les travaux de divers auteurs tels que Sy et al. [75], Ramakrishnan et al. [77], Liang et al. [78], ainsi qu'El Sawi et al. [24], qui ont tous exploré l'utilisation de matériaux composites lin/époxy en configuration unidirectionnelle ou tissée. Ce tableau met en évidence la préférence notable pour le moulage par compression dans la fabrication de ces composites, soulignant ainsi l'importance de cette technique pour obtenir des matériaux performants. De plus, il note une instance où le moulage par autoclave est utilisé en complément, indiquant une diversité dans les approches de fabrication tout en restant dans le cadre du moulage par compression comme méthode centrale.

**Tableau II-4. Travaux sur les méthodes de fabrication des composites à fibre de lin.**

Auteurs	Matériaux	Procédés de fabrication
Sy et al. [75]	Lin époxy unidirectionnel	Moulage par compression
Ramakrishnan et al.[77]	Lin/époxy Tissé	Moulage par compression
Liang et al. [73]	Lin/époxy Unidirectionnel	Moulage par compression
El Sawi et al [24]	Lin/époxy Unidirectionnel	Moulage par compression et par autoclave

Le **Tableau II-5** présente les propriétés mécaniques des composites lin/époxy à travers diverses recherches, mettant en évidence l'influence significative de la fraction volumique des fibres sur ces propriétés. Il est clair que la fraction volumique des fibres joue un rôle crucial dans la détermination du module de Young en traction, de la résistance à la traction, ainsi que du module et de la résistance à la compression. L'analyse des données révèle une tendance générale où une augmentation de la fraction volumique des fibres peut conduire à une amélioration des propriétés mécaniques, ce qui souligne l'importance de l'optimisation de la composition des composites pour atteindre un équilibre optimal entre rigidité et résistance.

**Tableau II-5. Propriétés mécaniques du composite lin/époxy.**

Matrice	Renfort	Année de publication	Fraction volumique de fibres (%)	Module de Young en traction (Gpa)	Resistance à la traction (Mpa)	Module de compression (Gpa)	Resistance à la compression (Mpa)	Références
Epoxy	Lin	2015	44	22.8	318	24.7	136	[78]
Epoxy	Lin	2015	40	23.9	223	15.1	137	[79]
Epoxy	Lin	2017	51	31.4	287	30.3	127	[80]
Epoxy	Lin	2018	51	26.0	408	25.2	115	[81]

## II.2 Partie II : Les défauts liés à la fabrication

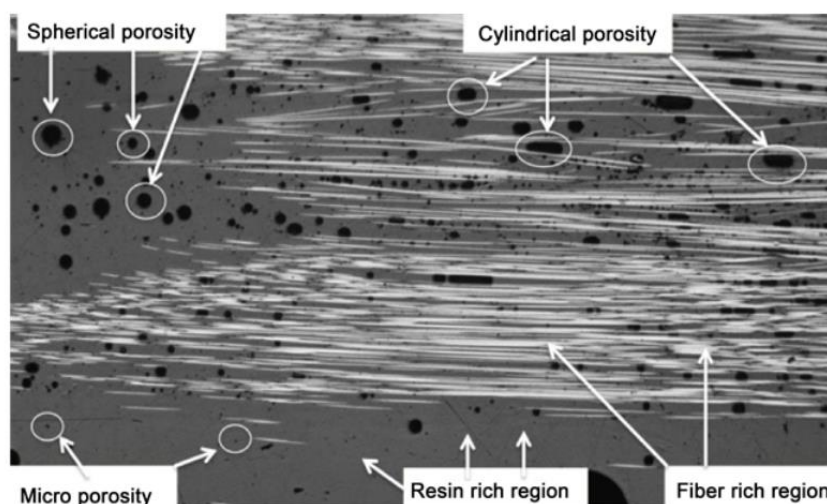
### II.2.1 Le défaut de porosité

La performance et la durabilité des pièces composites fabriquées avec des fibres naturelles tel que le lin sont influencées par divers facteurs, incluant notamment des prétraitements spécifiques, les ajustements dans la longueur de la fibre, ainsi que la fraction volumique des

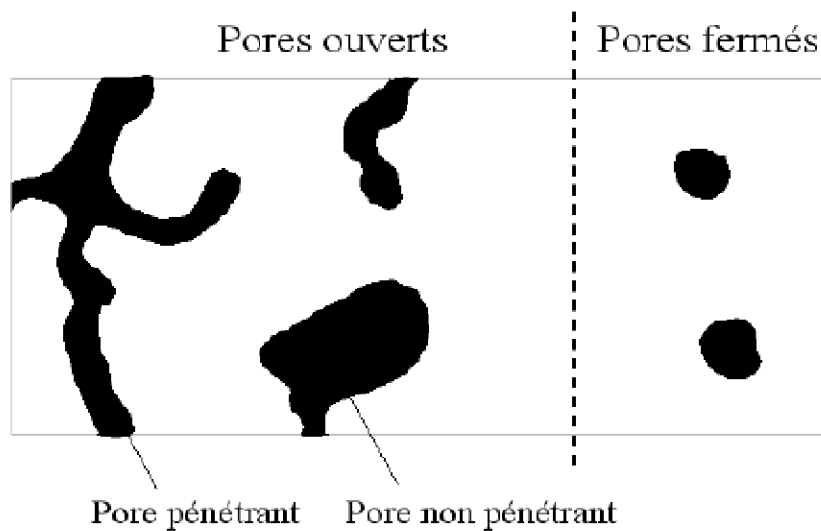
fibres [23]. De plus le procédé de fabrication (injection, thermocompression, etc.) ainsi que les paramètres de fabrication (température de durcissement, pression, durée du processus) sont des paramètres à prendre en considération [24-25]. Un des meilleurs indicateurs pouvant nous fournir des aperçus sur la qualité du processus de fabrication est le taux de porosité dans le composite [26-28]. Selon Mehdikhani et al. [29], la porosité, ou le vide, est le défaut le plus étudié lors de la fabrication de composites renforcés par des fibres. L'examen de la teneur en vides d'un composite est crucial car les vides sont courants et souvent difficiles à gérer dans les processus de fabrication.

## II.2.2 Les types de porosités

Dans un composite, la présence de défauts de porosité se caractérise par de minuscules cavités qui retiennent généralement des gaz (voir **Figure II-11**). Deux types de pores sont distingués (voir **Figure II-12**) : les porosités ouvertes, constituées de vides interconnectés avec l'extérieur du matériau, et les porosités fermées, isolées à l'intérieur du matériau et ne permettant aucune perméabilité [30]. La classification des porosités dans les matériaux (applicable aux composites) repose sur les travaux de Schoeller [31], réalisés au microscope optique. Ainsi, on parle de microporosité lorsque le rayon des pores est inférieur à  $0,1 \mu\text{m}$ , de mésoporosité lorsque ce rayon est compris entre  $0,1 \mu\text{m}$  et  $2,5 \text{ mm}$ , et de macroporosité lorsque ce rayon dépasse  $2,5 \text{ mm}$ . Il est important de noter que, dans le cas des composites, les porosités se manifestent généralement sous forme de petits interstices, de dimensions inférieures ou égales à l'ordre du millimètre. Il est donc essentiel de les distinguer clairement des fissures ou des délaminages.



**Figure II-11. Micrographies montrant différentes caractéristiques et types de porosité [32].**



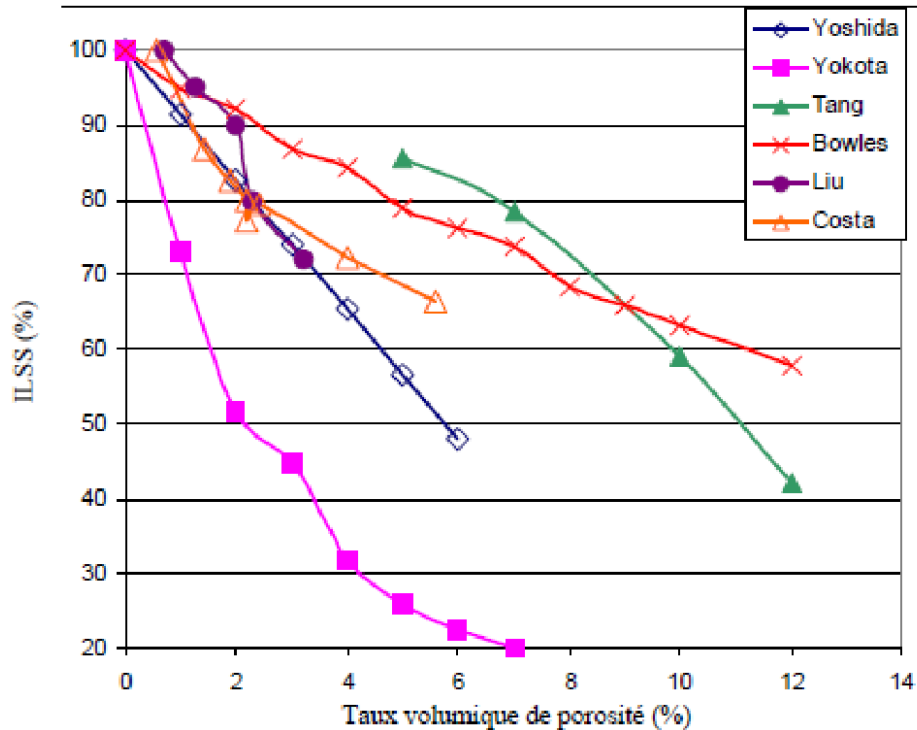
**Figure II-12. Micrographies montrant différentes caractéristiques et types de porosité [30].**

### **II.2.3 L'impact de la porosité sur les propriétés mécaniques des composites**

De nombreuses recherches ont été menées récemment pour étudier cet effet. Il ressort de ces études que sous un seuil critique (variant de 0,5 à 1% en volume selon le type de composite), une distribution uniforme de la porosité ne semble pas altérer significativement les propriétés du matériau. Néanmoins, à des niveaux supérieurs, les performances mécaniques des composites sont fortement compromises. De plus les effets de la porosité ne se limitent pas aux propriétés de traction, de compression, et de cisaillement plan, mais affectent surtout la résistance au cisaillement inter-laminaire (ILSS) [33-34], qui se trouve être particulièrement vulnérable. Des études menées sur les composites carbone/époxy ont démontré une réduction notable de l'ILSS avec l'augmentation de la porosité. Cette variabilité des résultats peut être attribuée aux différences dans les types de fibres de carbone et de résines utilisées. Il a été observé une diminution marquée de la résistance au cisaillement inter-laminaire en fonction du taux de porosité.

Les recherches de Wisnom et al. [36] ont mis en lumière que des fissures, prenant naissance au niveau des porosités de diamètre supérieur à 2 mm, peuvent initier une rupture. La présence de porosité réduit la zone d'adhésion entre les fibres et la matrice, facilitant ainsi la rupture par cisaillement inter-laminaire. En outre, l'affaiblissement des propriétés mécaniques en traction et en compression peut être expliqué, selon certaines études, par la déformation des fibres

induite par la formation et le mouvement des porosités au sein de la matrice durant le processus de cuisson. La **Figure II-13** montre l'effet de l'augmentation du taux de porosité sur les propriétés mécaniques, cas du cisaillement [37].



**Figure II-13. Courbes des variations relatives de la résistance en cisaillement interlaminaire en fonction du taux de porosités pour des composites carbone/époxy [37].**

#### II.2.4 Relation entre la pression de cuisson et le taux de porosité

Dans les **Figures II-14** et **II-15**, l'analyse se concentre sur la corrélation entre le taux de porosité du composite lin/époxy et ses propriétés mécaniques, exprimées en pourcentage. Il est clairement visible que les propriétés mécaniques, y compris la résistance au cisaillement, en flexion et à la traction, ainsi que les module de flexion et en traction subissent une diminution notable avec l'accroissement du taux de porosité au sein du matériau. Cette tendance démontre l'impact significatif des vides sur l'intégrité structurelle du composite. De plus, il apparaît que ce taux de porosité est intrinsèquement lié à la pression appliquée lors du processus de cuisson : une pression plus élevée pendant la polymérisation est susceptible de réduire la formation de vides, améliorant ainsi les propriétés mécaniques du composite. Cette observation est cruciale, car elle souligne l'importance du contrôle de la pression de cure pour minimiser la présence de vides et optimiser les performances mécaniques du matériau composite lin/époxy. Ces résultats

fournissent une base solide pour recommander des pratiques de fabrication optimisées visant à renforcer la qualité et la fiabilité des composites en l'occurrence les lin/époxy. [82]

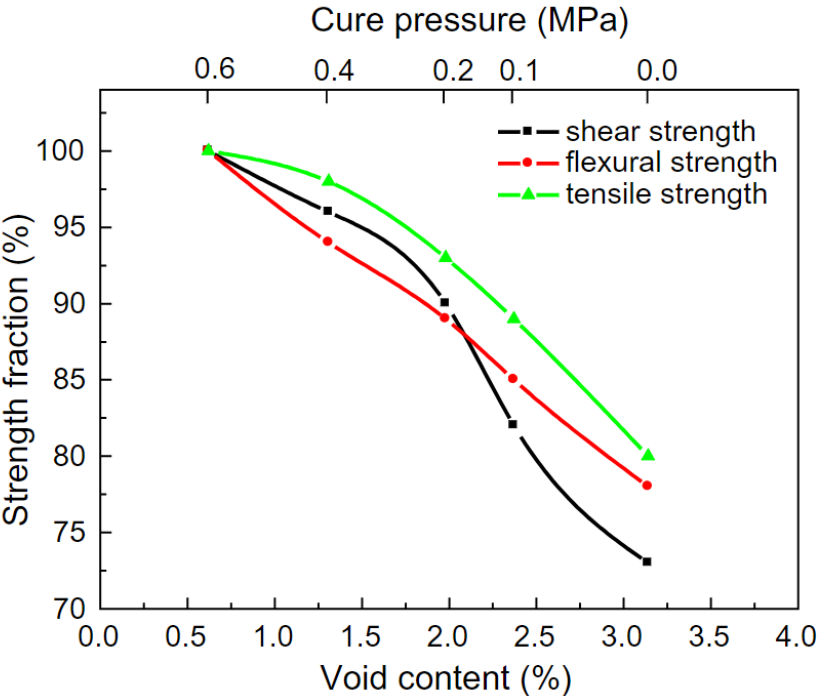


Figure II-14. Relation entre la résistance et le taux des vides (et la pression de cuisson). [82]

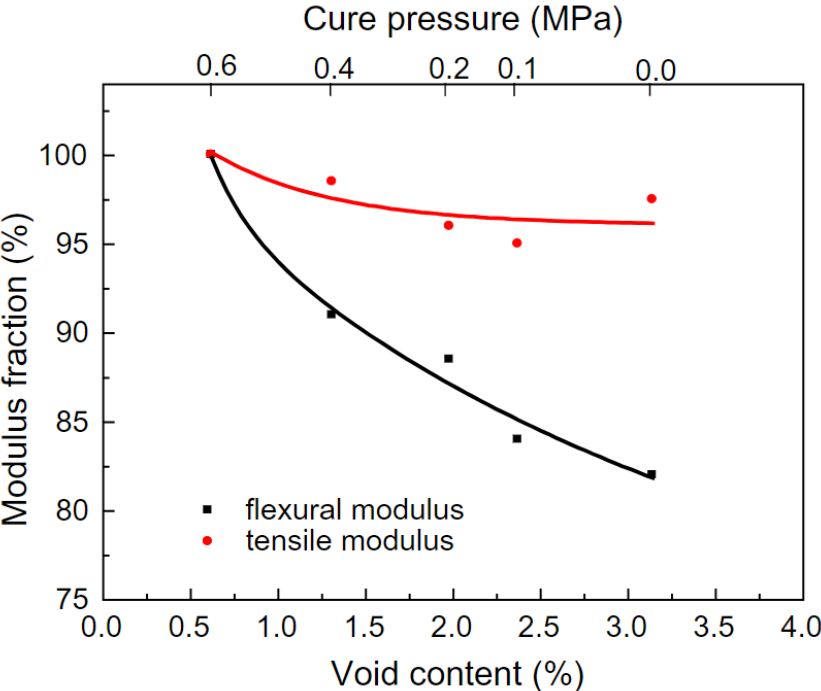


Figure II-15. Relation entre le module en flexion et en traction et le taux de vide (et la pression de cuisson). [82]



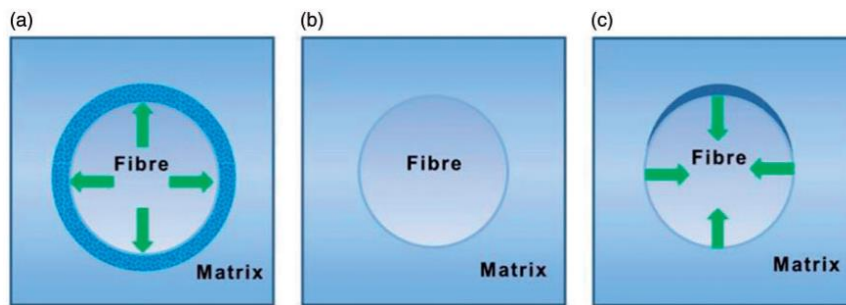
## II.3 Partie III : Le vieillissement des composites à fibre naturelle

Après avoir discuté des défauts de fabrication tels que la porosité au sein des composites à fibres naturelles végétales, il est primordial de considérer que, même en l'absence de ces imperfections initiales, ces matériaux ne sont pas à l'abri d'autres formes d'endommagement sur le long terme. En effet ces fibres végétales sont sensibles aux différentes conditions climatiques tout le long de l'année, passant d'un climat humide vers un climat sec. Afin de voir l'influence de conditions climatiques, plusieurs types d'essais sont élaborés dans les laboratoires dont on trouve le vieillissement hydrique, naturel, et accéléré, ce dernier nous permet de simuler les conditions climatiques réelles grâce à un dispositif appelé un accélérateur de vieillissement.

### II.3.1 Vieillissement hydrique

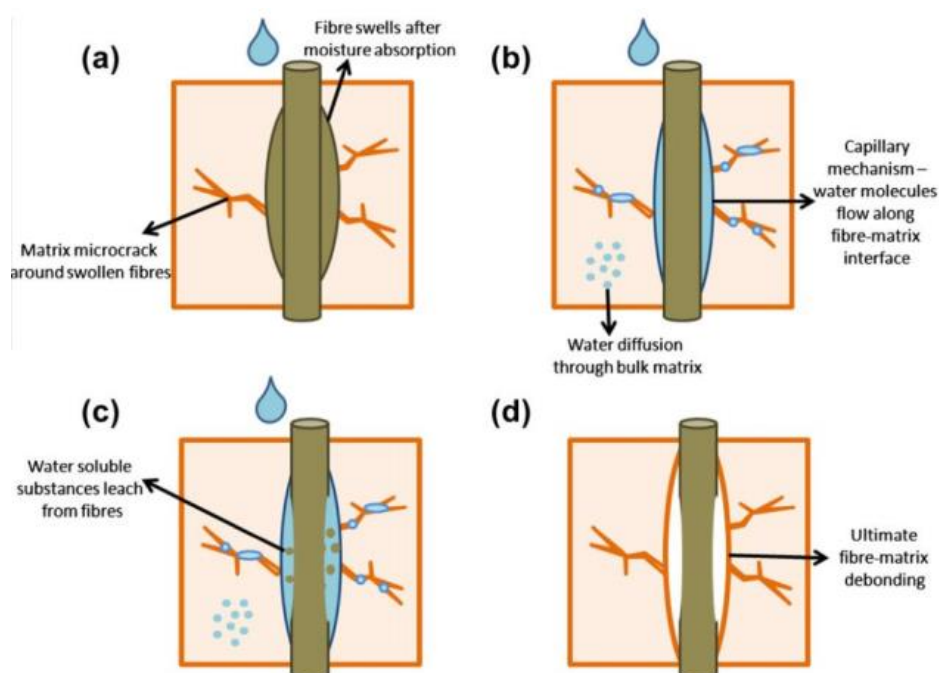
Plusieurs recherches ont été menées pour évaluer l'impact de l'absorption d'humidité et d'eau sur les propriétés mécaniques des composites à base de fibres végétales. Il convient de souligner que le comportement de la matrice et des fibres dans un composite diffère, ce qui souligne l'importance capitale du choix approprié de la combinaison fibre/matrice en fonction du domaine d'application. Dans le cas des composites à fibres végétales, divers phénomènes s'ajoutent à d'autres mécanismes, attribuables à la nature spécifique de ces composites présentant des interfaces fibre/matrice. À ce niveau, la diffusion de l'eau dans les capillarités et les porosités, ainsi que les phénomènes de gonflement et de fissuration, peuvent être observées. Il est donc essentiel d'étudier le comportement hydrique du composite dans son ensemble, car l'analyse séparée de la fibre et de la matrice pourrait négliger l'interface fibre/matrice, en particulier lorsque les renforts sont constitués de fibres végétales. De nombreuses études ont été menées sur ce sujet, concluant que l'exposition prolongée des composites à base de fibres végétales à l'humidité et à des températures élevées entraîne une instabilité des propriétés mécaniques [38-43].

Comparativement aux composites à fibres synthétiques, les composites à fibres végétales présentent un gonflement des fibres supérieur à celui de la matrice. La **Figure II-16** illustre le mécanisme de dégradation associé à ce phénomène. Ce mécanisme est expliqué par l'expansion de la fibre lors de l'absorption d'eau, engendrant ainsi une zone de contrainte dans la matrice. Une partie de ces contraintes est ensuite relâchée par la relaxation moléculaire. Lors du séchage, la fibre reprend sa forme initiale et se rétracte, mais la matrice ne retrouve pas entièrement sa forme initiale, entraînant une décohésion au niveau de l'interface fibre/matrice [44-45].



**Figure II-16. Formation de l'endommagement dû à l'eau : a) gonflement de la fibre végétale, la zone grise représentant des contraintes formées dans la matrice, b) relaxation des contraintes, c) contraction de la fibre au séchage.[1]**

En plus de la décohésion fibre/matrice, certains auteurs ont mis en évidence des fissurations matricielles dans la zone de contraintes qui sont causées par le gonflement des fibres végétales comme indiqué dans la **Figure II-17 [41, 46]**. Cela participerait à l'augmentation de la quantité d'eau absorbée par le matériau, permettant aux molécules de diffuser par capillarité dans ces microfissures.



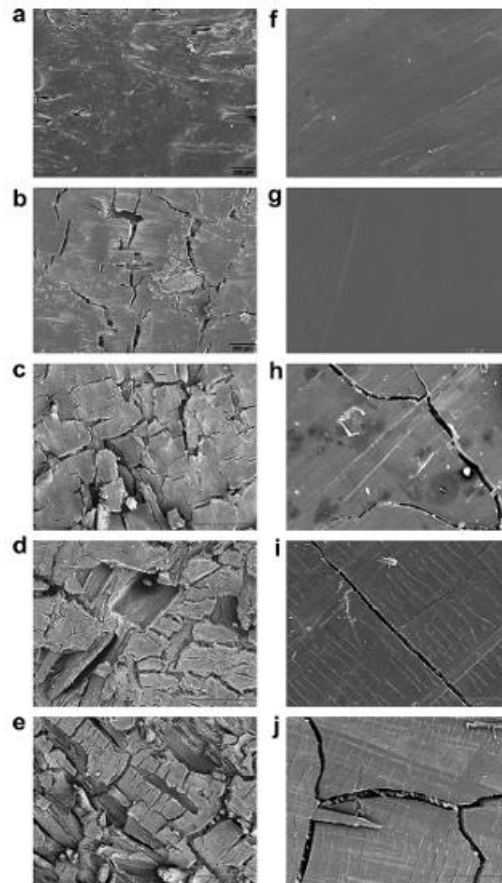
**Figure II-17. Effet de l'eau sur l'interface fibre végétale/matrice [39].**

Scida et al. [43] ont réalisé une étude sur l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques du Lin/époxy en comparant deux types d'architectures : unidirectionnel et sergé. Que ce soit pour le composite à renfort sergé ou le composite à renfort unidirectionnel, les deux matériaux

suivent un comportement Fickien pour l'absorption. Toutefois, les auteurs ont noté que le composite avec renfort sergé avait une cinétique d'absorption plus importante que l'unidirectionnel et ont également montré que l'absorption d'eau à saturation était plus importante. Après 20 jours d'immersion, le module d'Young du sergé a diminué de 65%, tandis que la perte s'est élevée à 40% pour le composite à fibres unidirectionnelles.

### **II.3.2 Vieillissement naturel**

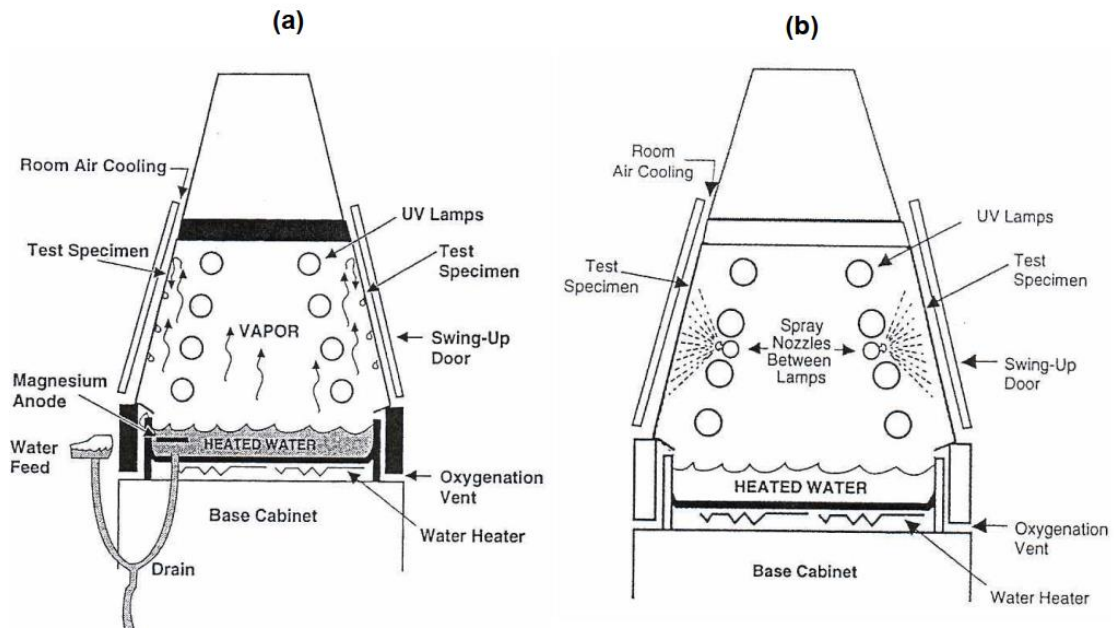
Le vieillissement naturel, c'est un type de vieillissement moins sévère que l'hydrique, mais il y'a plusieurs paramètres qui entrent en jeu, comme les rayons ultraviolets (UV) et la température. Sur ce propos plusieurs études ont été élaborées sur le vieillissement des composites à fibres végétales telles que le bois, chanvre, lin... dans plusieurs pays de telle manière à avoir, des climats différents (climats méditerranéens, tropicaux, continentaux...) afin de déterminer la durabilité de ces matériaux un peu partout à travers les continents [47-49]. Les composites de fibres naturelles généralement exposés à l'extérieur directement sous la lumière du soleil sont soumis à un rayonnement qui rompt les liaisons covalentes dans les polymères organiques provoquant le jaunissement, la décoloration, la perte de poids, la rugosité de la surface, la détérioration des propriétés mécaniques [50]. Les paramètres de durabilité concernant l'application de ces produits à l'extérieur comprennent, la résistance aux ultraviolets (UV), la résistance à l'humidité et la stabilité dimensionnelle qui veut dire le maintien de la forme géométrique. Après les périodes de vieillissement, la perte de résistance à la traction du composite se produit en raison de la dégradation des fibres et de la matrice. La photodégradation entraîne des changements à toutes les échelles de dimension du polymère, y compris l'unité monomère (oxydation), la chaîne (réticulation ou scission de chaîne), la morphologie (dégradation des molécules de liaison et du cristal) et à l'échelle macroscopique [51].



**Figure II-18. Image de Microscopie électronique à balayage montrant la surface des WPC (Wood-Plastique Composites) non coextrudés (colonne de gauche) et des WPC coextrudés (colonne de droite) en fonction des temps d'exposition aux rayons UV : (a et f) 0 h, (b et g) 432 h, (c et h) 744 h, (d et i) 1392 h [51].**

### II.3.3 Vieillissement accéléré

Comme la durée de vie des composites à fibres de lin reste très longue, les méthodes traditionnelles qu'on vient de voir (vieillissement hydrique et naturel) par l'exposition des échantillons aux intempéries sont considérées très lentes, ce qui retarde les fabricants à savoir si la pièce a une bonne tenue au vieillissement. Réduire donc le temps d'attente est devenue primordial. Dans ce fait, plusieurs appareils de vieillissement accéléré (**Figure II-19**) sont développés et vendus dans le marché afin de pouvoir nous donner plus d'information sur la dégradation des composites à matrice polymère notamment par le laboratoire Q-LAB qui disposent d'un accélérateur UV disposent de lampes UVA-340 donnant une excellente simulation de la lumière du soleil dans la région critique des courtes longueurs d'onde de 365 nm jusqu'à la coupure solaire de 295 nm, ces derniers sont responsables des dégradations des polymères [56].



**Figure II-19. Schématisation d'une machine de vieillissement accéléré de Q-Lab avec (a) en mode condensation (b) en mode aspersion (pulvérisation) [56].**

Le mécanisme de photodégradation est stimulé par l'irradiation UV, et la concentration en oxygène à la surface du composite lorsque l'exposition aux UV pénètre dans quelques microns de la surface du matériau [52]. Cela entraîne la rupture des chaînes de polymères produisant des radicaux libres et réduisant le poids moléculaire des polymères. Cela provoquerait la dégradation de la surface et réduirait les propriétés mécaniques du matériau, où les défauts résultants de la dégradation peuvent servir de concentrateurs de contraintes [53].

Le comportement de dégradation et les études de durabilité des composites à fibre naturels ont été étudiés par plusieurs chercheurs. Dayo et al. [54] ont étudié l'effet sur les propriétés mécaniques des composites de fibres de chanvre traitées au silane (STHF), après exposition à des conditions climatiques accélérées à une humidité relative jusqu'à saturation. Chee et al. [55] ont considéré l'influence des effets environnementaux à travers des conditions d'intempéries accélérées sur le comportement de dégradation et la stabilité thermique des composites hybrides bambou/fibre de Kénaf. La plupart des études ont rapporté le comportement de dégradation des composites polymères organiques renforcés de fibres naturelles après une exposition aux UV. Pour les fibres lignocellulosiques telles que les fibres végétales (lin, chanvre...), le vieillissement ou la dégradation se produit en raison de l'absorption du rayonnement ultraviolet par la composante 'lignine' Figure II-20, de la formation de structures appelées en chimie les

quinoïdes, des réactions de Norrish et des réactions de photo-jaunissement qui se produisent dans la lignine. La dégradation par les UV conduit à la formation de groupes chromophores, tels que les acides carboxyliques, les quinones et les radicaux hydroperoxyde qui sont responsables de la couleur jaune caractéristique associée au vieillissement [57]. Tous les principaux composants des fibres (cellulose, hémicellulose, lignine et produits d'extraction) souffrent de photo dégradation. La plupart des chromophores dans les fibres naturelles se trouvent dans la lignine, qui représente 80 à 95% de l'absorption de la lumière. Cela en fait une contribution significative à la décoloration [51]. La figure II-21 montre les polymères de la paroi cellulaire responsables des propriétés mécaniques des fibres lignocellulosiques.

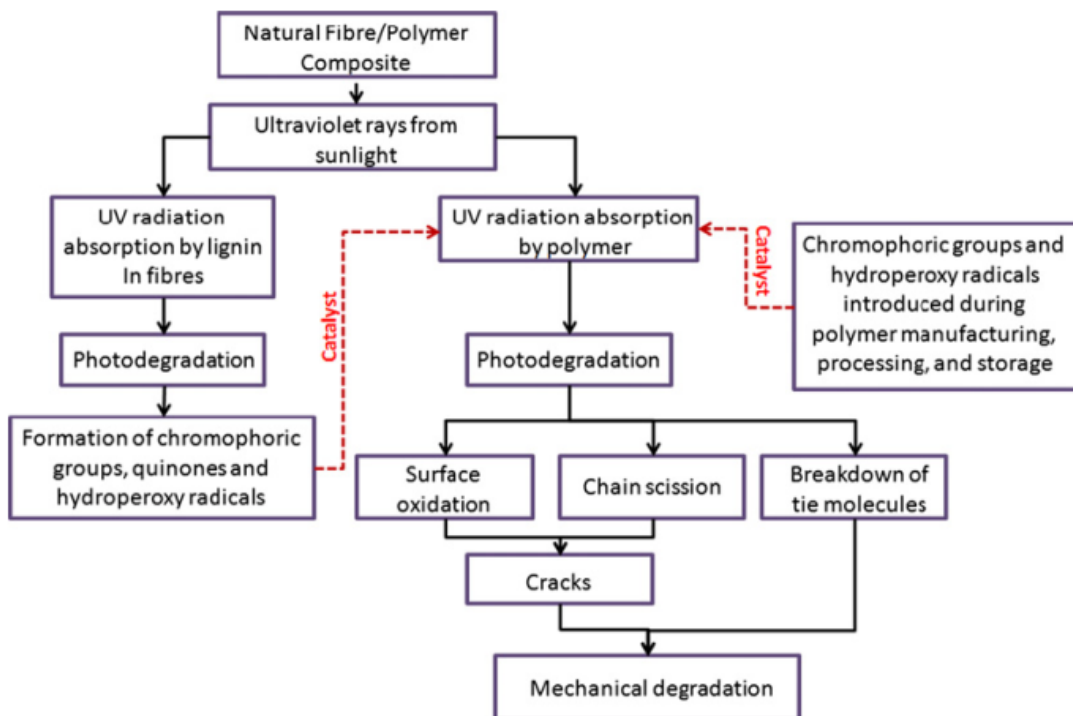


Figure II-20. Dégradation par UV des matériaux composites à fibres naturelles [46].

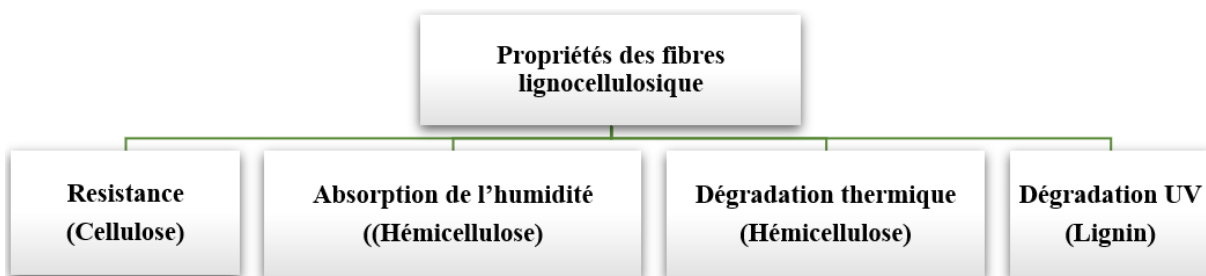
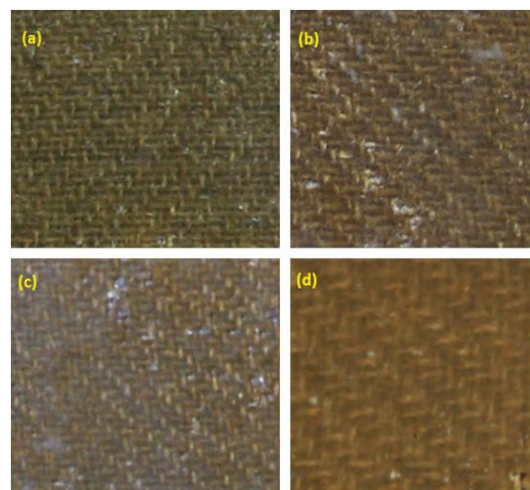


Figure II-21. La paroi cellulaire responsable des propriétés mécaniques des fibres lignocellulosiques [46].

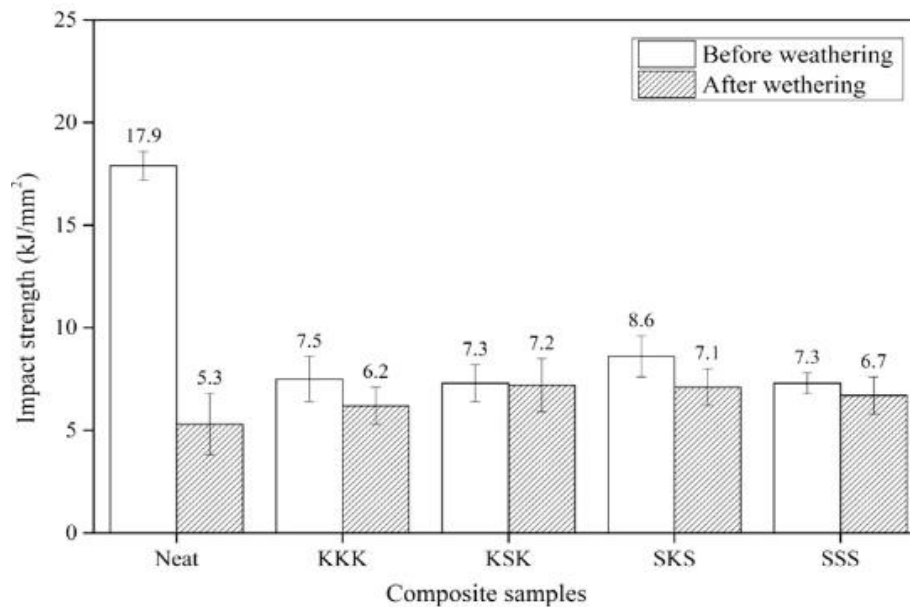
Dans l'étude de L. Yan et al [58] l'effet combiné du rayonnement ultraviolet (UV) et de la pulvérisation d'eau sur les propriétés mécaniques d'un composite lin/époxy tissé a été étudié afin d'évaluer sa performance. Les plaques en composite (**Figure II-22**) ont été fabriquées avec la méthode de moulage sous vide. Les échantillons ont été ensuite découpés et exposés à la lumière UV fluorescente dans une chambre de vieillissement accéléré conformément à la norme ASTM D4329-99 [59]. Un cycle d'exposition unique comprenait quatre étapes : (1) 12 h d'exposition à la lumière UV à 60°C, (2) placement à température ambiante pendant 3 h, (3) pulvérisation d'eau sur la surface exposée et exposition à la lumière UV pendant 6 h à 60°C, et (4) placement à température ambiante pendant 3 h avant le cycle suivant. Le temps total d'exposition était de 1500 h. Des tests de traction et de flexion trois-points ont été effectués pour évaluer les propriétés mécaniques. Les résultats des tests ont montré que la résistance à la traction et le module des composites altérés ont diminué de 29,9 % et 34,9 %, respectivement. La résistance à la flexion/module a diminué de 10,0% et 10,2%, respectivement.



**Figure II-22. La couleur des composites à différentes heures d'exposition : (a) 0 h, (b) 500 h, (c) 1000 h et (d) 1500 h [58].**

Dans le travail de Yorseng et al. [60] des échantillons de composites bioépoxy hybrides entièrement biosourcés renforcés par un tissu de fibres de kénaf/sisal préparé ont été placés dans une chambre de vieillissement accéléré. La machine a été configurée pour fonctionner en deux cycles. Dans le premier cycle, les échantillons sont exposés à la lumière UV pendant 1,42 h. Le second cycle comporte l'exposition à la lumière UV avec de l'eau pulvérisée sur les échantillons pendant 0,18 h (cycle hybride). La température de la chambre est de 48°C. La température du panneau noir de la chambre était réglée à 63°C pour le premier et le second cycle. L'irradiance a été maintenue à 0,35 w/m<sup>2</sup> et l'humidité à 30% pour les deux cycles. La

durée totale de l'essai était de 555.55 heures. La **Figure II-23** illustre clairement l'effet du vieillissement sur la résistance à l'impact des différents échantillons de composites, montrant une tendance générale à la diminution de cette propriété mécanique après vieillissement pour toutes les configurations, hybrides et non-hybrides.



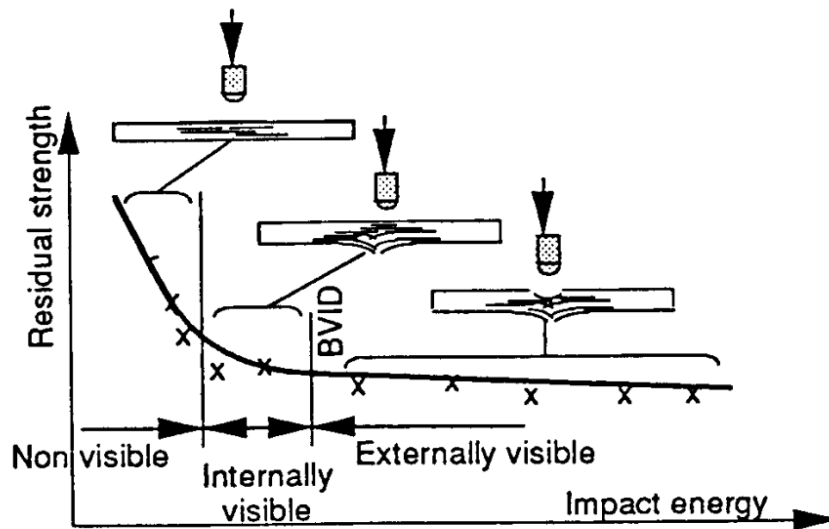
**Figure II-23. Comparaison des propriétés mécaniques des échantillons de composites avant et après vieillissement [60].**

#### II.4 Partie IV : Les essais d'impact à basse vitesse

Les matériaux composites sont souvent sensibles à l'impact, même si ce dernier est faible par exemple, la chute d'outil pendant la maintenance dans les industries. Car si un composite stratifié est soumis à un impact normal à une vitesse faible, des endommagements invisibles à l'œil persistent pouvant produire un délaminage des couches internes (**voir Figure II-24**), ces derniers conduisent vers une diminution importante dans les propriétés résiduelles telles que la tenue en compression [69]. Pour une conception efficace des structures composites, il devient très important de comprendre les mécanismes d'endommagements induits par l'impact dans les stratifiés. Pour ces raisons, de nombreuses techniques expérimentales et analytiques ont été développées récemment pour étudier la réponse dynamique des structures composites subissant des impacts à faible vitesse [61]. L'essai d'impact en utilisant une tour de chute nous permet donc de mesurer la performance à l'impact d'un matériau en créant des endommagements dans la structure [62]. Le principe de l'essai consiste à lâcher une masse d'une certaine hauteur sur



l'éprouvette, cette dernière est guidée par un rail permettant de focaliser la trajectoire de la masse sur un point d'impact situé au centre de l'éprouvette.



**Figure II-24. Comportement en compression après impact d'un composite stratifié monolithique carbone-époxy T300/914.**

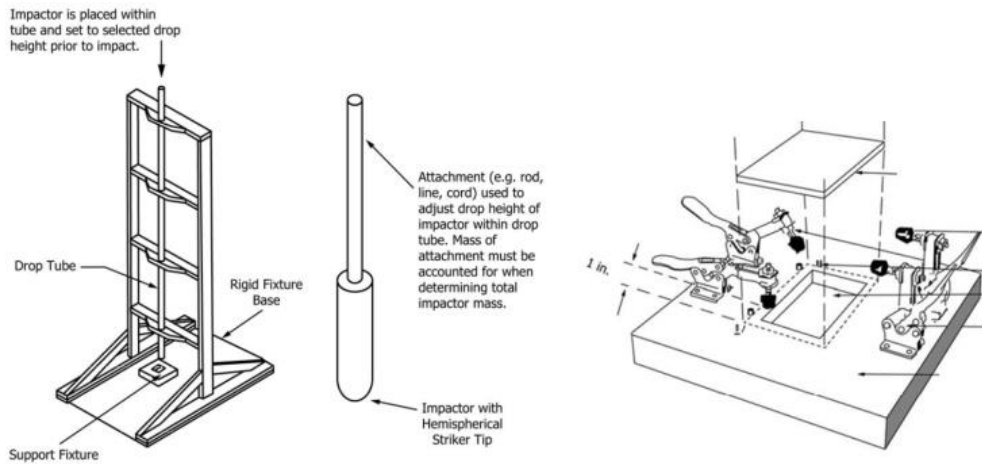
#### II.4.1 Théorie de l'essai d'impact

Une tour de chute est un dispositif qui possède un impacteur de forme généralement hémisphérique, pouvant être instrumenté avec divers capteurs tels que des accéléromètres ou capteurs de force. Il est généralement positionné sur une traverse glissant le long de rail de guidage vertical. L'impacteur est lâché d'une hauteur variable avec des possibilités de varier la masse. L'échantillon se situe dans l'axe de l'impacteur maintenu par un système de bridage **Figure II-25**. Un mécanisme antirebond peut également être utilisé pour empêcher l'impacteur de rebondir sur l'éprouvette. En effet, dans un cas parfait où il n'y a pas de frottement, l'énergie d'impact, est égale à l'énergie cinétique de l'impacteur et correspond à la variation de l'énergie potentielle de pesanteur entre la hauteur où l'impacteur est lâché et la hauteur  $h : 0$  au moment de l'impact tel que donner dans l'équation (1). Avec  $m$  : la masse du poids tombant (impacteur + supporté) et  $V_{imp}$  : la vitesse lors de l'impact. [62-63]

$$E_{imp} = \frac{1}{2} m v_{imp}^2 \dots (1)$$

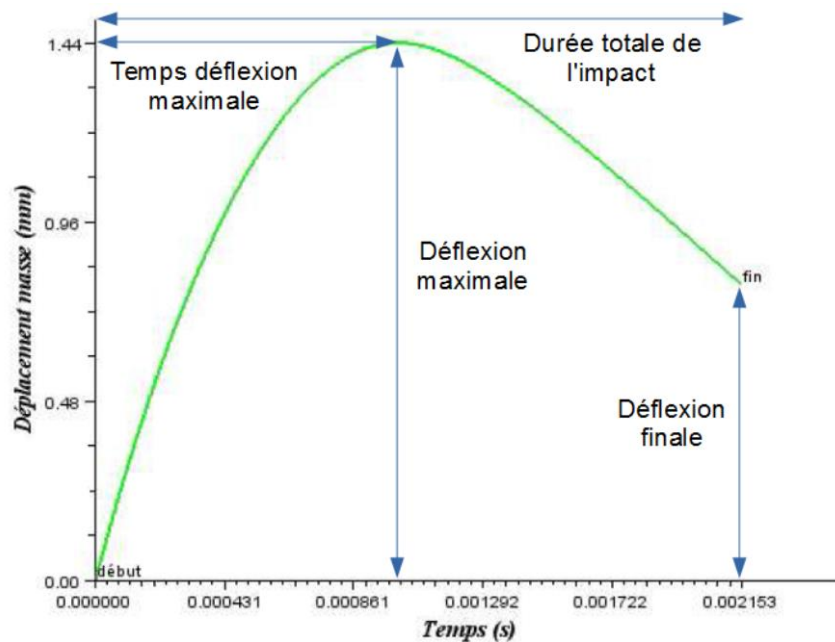
Il est possible d'obtenir d'autres données en plus de l'énergie d'impact si la tour de chute est instrumentée. En effet, si la tour de chute est équipée d'accéléromètres et de capteurs de force, de nombreux résultats sont exploitables et permettent une analyse beaucoup plus fine de

l'impact. Les premiers résultats que l'on peut habituellement obtenir sont la déflexion maximale et résiduelle de l'échantillon, ainsi que la force en fonction du temps.



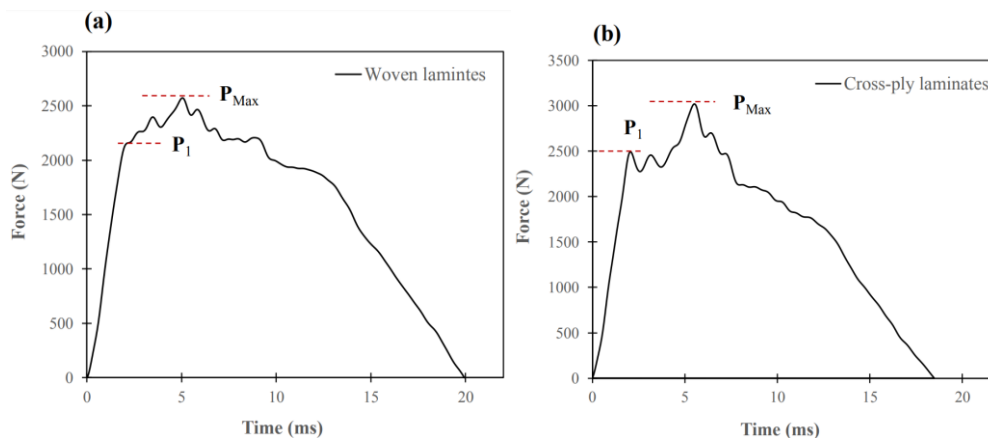
**Figure II-25. Protocole expérimental du test d'impact à basse vitesse [64].**

La Figure II-26 est un exemple de courbe de déplacement en fonction du temps qui peut être obtenu lors d'un essai d'impact. Cette courbe a été tracée en ne considérant que le déplacement de l'impacteur lorsqu'il est en contact avec la pièce impactée. Cette courbe correspond donc à la déflexion du matériau et peut être utilisée pour déterminer la valeur de la flèche maximale, le temps jusqu'à ce que la flèche maximale soit atteinte et la durée totale de l'impact ainsi que le déplacement permanent [65-66].



**Figure II-26. Courbe déplacement/temps lors d'un impact [68].**

La Figure II-27 présente une courbe typique de l'évolution de la force en fonction du temps durant un test d'impact. On remarque que jusqu'au point P1 la courbe évolue linéairement ce qui réfère à la partie élastique du matériau ce point est donc considéré comme un indicateur de la capacité du stratifié à résister à l'initiation des dommages [67]. À ce niveau-là, la rigidité change suite à l'initiation des endommagements.  $P_{max}$  représente la valeur maximale d'impact atteinte. D'après les travaux de la littérature, plus l'échantillon est rigide (verre, carbone, kevlar...) la durée de l'impact diminue et la force maximale s'élève. La durée de l'impact totale est calculée en considérant le temps où la force est différente de zéro, dans cet exemple la durée totale est de 20 ms et 18 ms pour le composite tissé et le composite à plis-croisés respectivement. Cependant, certaines différences ont été observées entre la réponse à l'impact des stratifiés tissés et des stratifiés à couches croisées, qui pourraient être influencés par leurs mécanismes d'endommagements.

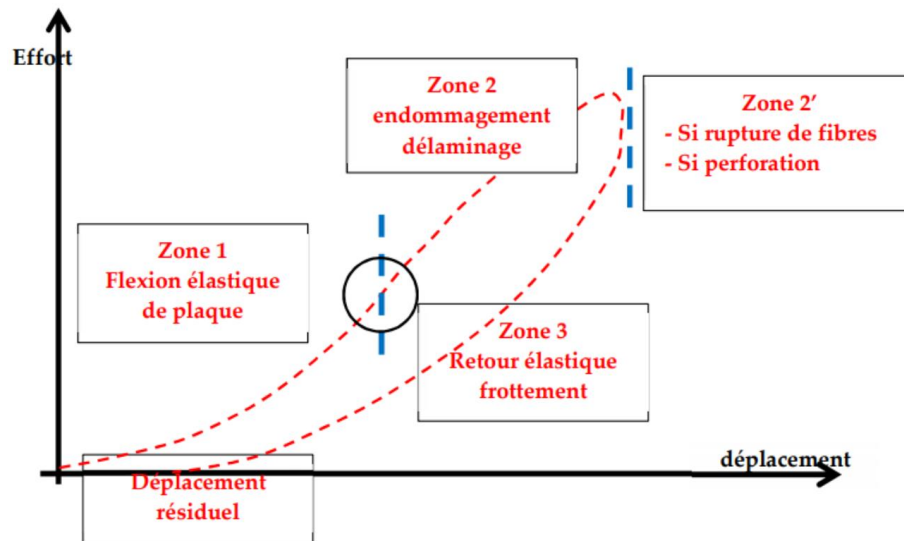


**Figure II-27. Courbe déplacement/temps lors d'un impact [67].**

En combinant les deux courbes, force/temps et déplacement/temps, il est possible de tracer une courbe force/déplacements, qui est riche en informations. Pour une faible énergie ou l'échantillon n'est pas perforé, la courbe de force déflexion a une allure particulière, voir **Figure II-28**. Cette dernière peut être divisée en trois zones :

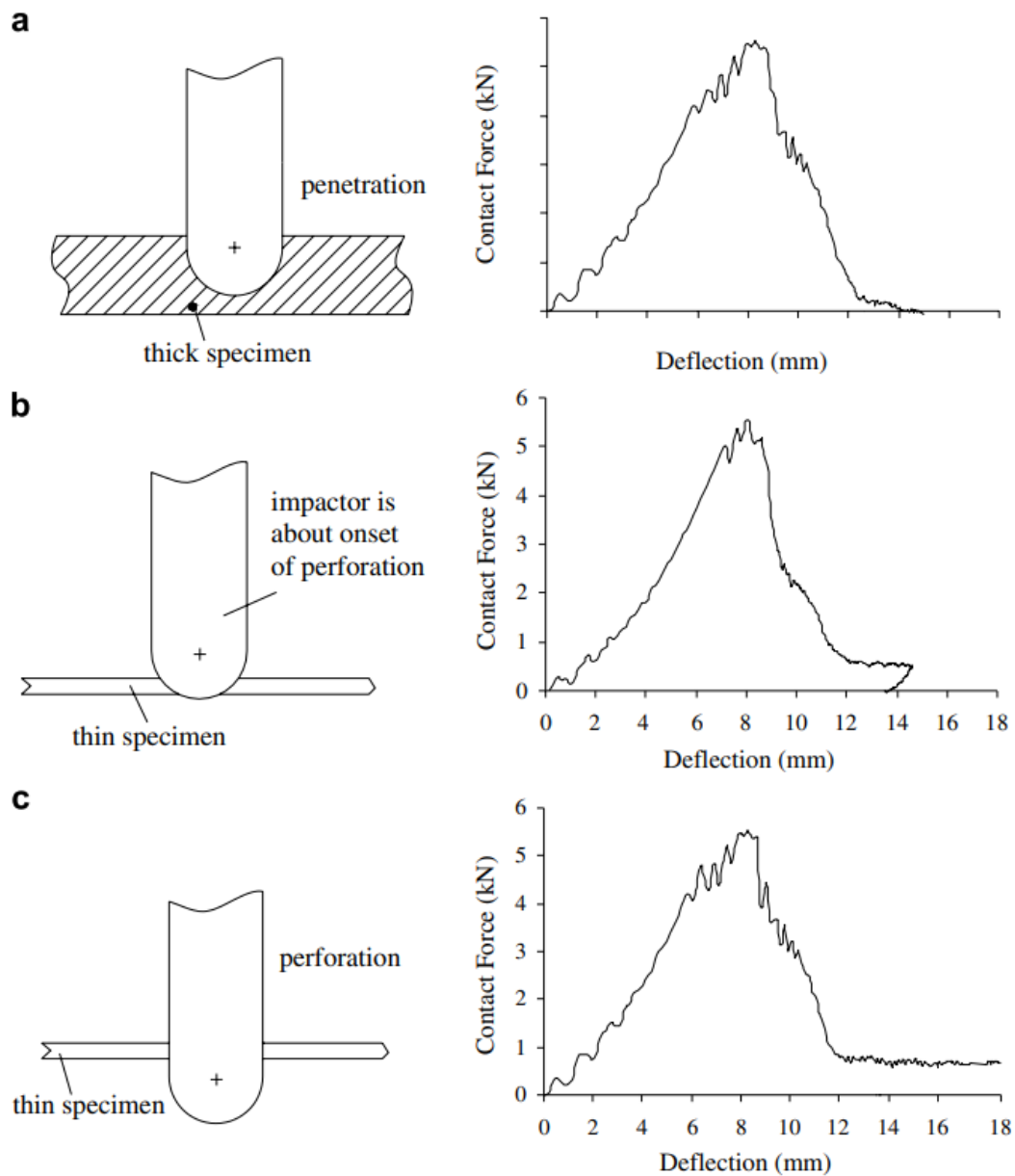
- La zone 1 représente le comportement élastique non linéaire en flexion du composite (le contact composite / support change au cours du déplacement de l'échantillon).
- La zone 2 commence à partir d'une valeur de l'effort indépendante de l'énergie d'impact, et où la raideur diminue. C'est dans cette partie que de l'endommagement par fissuration ou par délaminage de la plaque apparaît. À la fin de cette zone, une chute importante de l'effort peut apparaître dans le cadre de deux types d'endommagement : une rupture de fibres, ou la perforation de l'échantillon.

- La zone 3 correspond au retour élastique de flexion de l'échantillon et on observe finalement un déplacement résiduel causé par la présence de fissures et/ou la plastification de la matrice du composite [68].



**Figure II-28. Courbe force/déplacement lors d'un impact [68].**

En général, le seuil de pénétration est défini comme l'énergie d'impact lorsque l'impacteur ne rebondit pas sur le spécimen pour la première fois, tandis que le seuil de perforation est défini comme l'énergie absorbée lorsque la pointe de l'impacteur atteint la surface arrière du spécimen. Idéalement, la pénétration aura lieu lorsque la pointe de l'impacteur hémisphérique s'enfonce complètement dans l'éprouvette si celle-ci est suffisamment épaisse, comme illustrer à **la Figure II- 29a**. Cependant, il faut également noter qu'il est difficile d'observer une telle pénétration lorsque l'échantillon est beaucoup plus mince que le rayon de l'impacteur. Dans cet exemple de **la Figure II-29b**, le rayon de l'impacteur utilisé de 6,25 mm alors que les échantillons avaient une épaisseur moyenne de 2,2 mm. Par conséquent l'échantillon est proche de la perforation quand la pénétration a eu lieu. En d'autres termes, il n'y a pas de point précis à considérer comme un seuil de pénétration dans ce cas-là, mais un petit retour élastique est observé à la fin de la courbe. Cependant dans le cas de **la Figure II-29c** l'échantillon est complètement perforé [70].



**Figure II-29. Illustration par un schéma des différents cas des courbes force/déflexion avec : (a) pénétration dans une plaque épaisse, (b) initiation de la perforation dans une plaque mince, et (c) perforation complète dans une plaque mince [70].**

Une courbe de déplacement/force typique pour un échantillon subissant un impact est représentée sur la **Figure II-30**. Si, comme dans ce cas, l'énergie d'impact incident est suffisamment élevée, alors une chute de charge est observée. Cette chute soudaine s'accompagne d'un craquement audible et visuel sur l'échantillon. Les valeurs de la charge (la force) et du déplacement au début de la chute de charge sont appelées respectivement la charge et le déplacement de rupture. La valeur de cette chute (gradient de force et en anglais Load drop) est utilisée pour calculer l'étendue de la chute de charge [71]. L'aire totale sous la courbe

représente également l'énergie de l'impact qui est transféré de l'impacteur vers l'éprouvette. Dans le cas où il y a un rebond de l'impacteur, une partie de cette énergie est absorbée par l'éprouvette sous forme de séparation des plis (délamination) ou sous forme de différents endommagements tels que la rupture des fibres et de la matrice et de déformation plastique, ce qui explique le déplacement permanent (résiduel). La partie qui reste est restituée à l'impacteur qui tend à rebondir (**Figure II-31**) [72]. Les valeurs de l'énergie absorbée et l'énergie restituée par l'éprouvette lors d'un impact peuvent être déduites directement du tracé de la courbe Energie/temps (**Figure II-32**) [73].

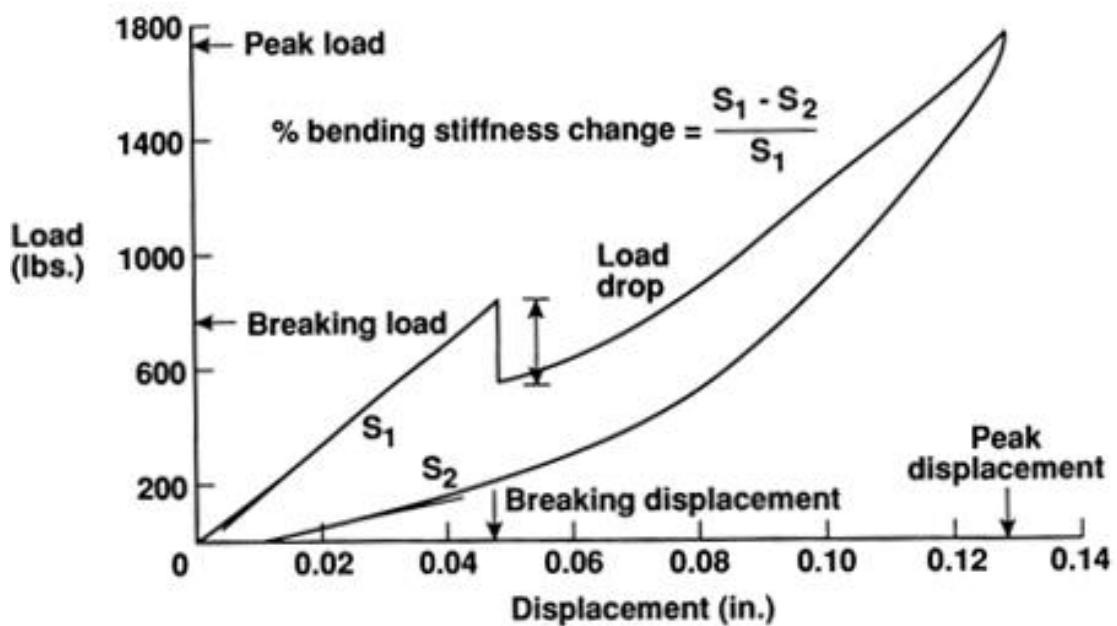
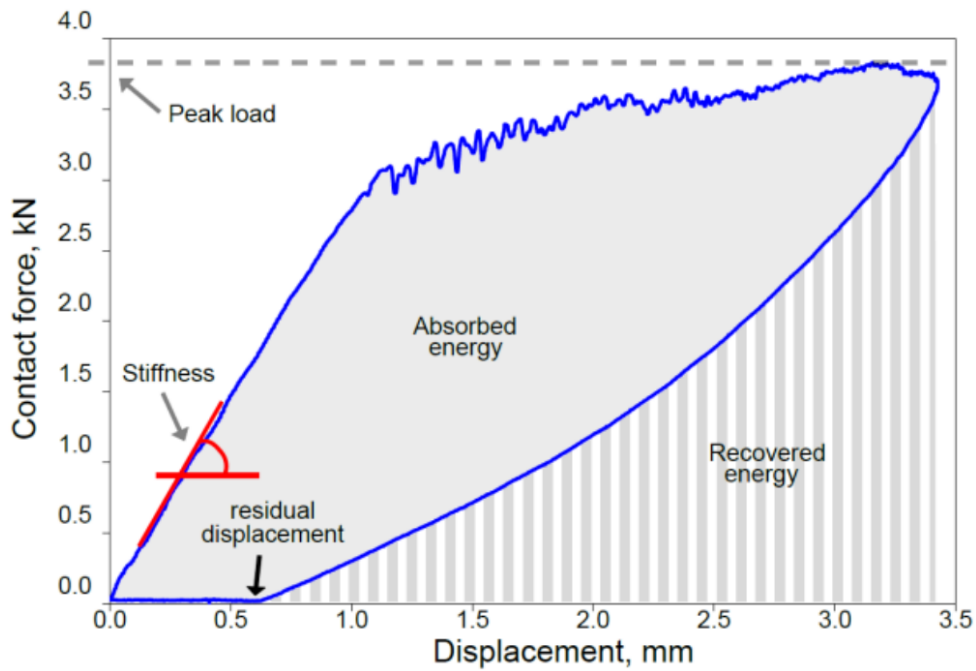
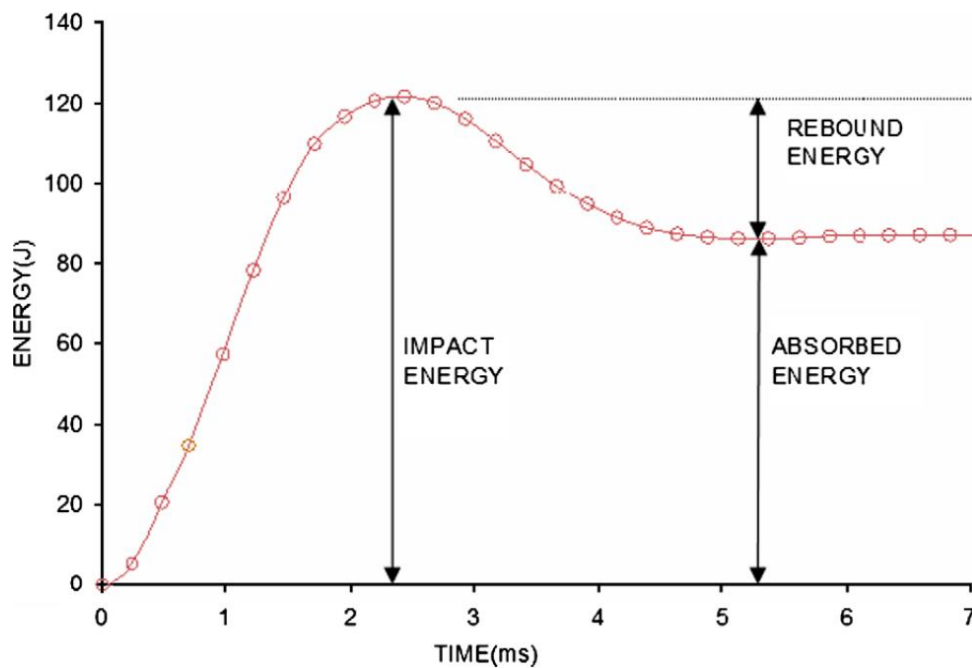


Figure II-30. Courbe force/déplacement typique lors d'un impact [71].



**Figure II-31. Tests d'impact sur composite chanvre/époxy. (a) Force de contact en fonction du déplacement (ou pénétration) de l'impacteur dans l'échantillon. [72].**

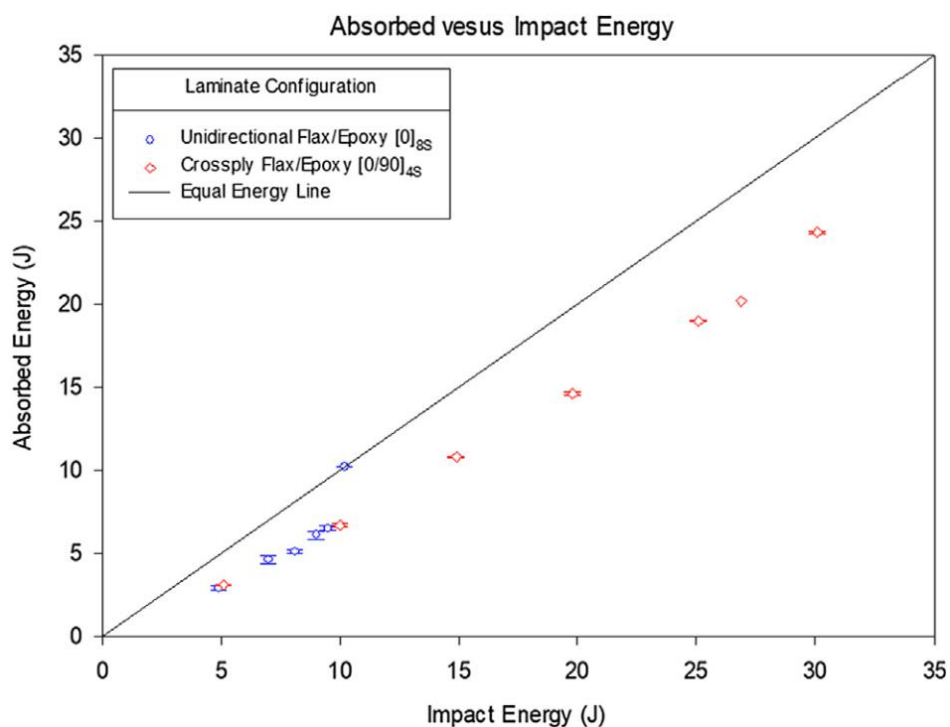


**Figure II-32. Exemple de courbe énergie-temps pour un essai d'impact [73].**

#### II.4.2 Influence de l'orientation des plis

Plusieurs travaux de la littérature se sont consacrés à l'étude de l'orientation des plis et son influence sur le comportement en impact des composites à fibres naturelles dont les composites thermodurcissables à base de du lin/époxy. Dans le travail de Sy [72], l'auteur a utilisé un

matériau composite à base de lin époxy avec 16 plis ce qui fait une épaisseur de 3.7 mm. L'objectif était de voir l'influence de la séquence d'empilement sous l'effet de l'impact à basse vitesse, pour cela deux séquences d'empilement ont été choisies  $[0]_{16}$  et  $[0/90]_{4s}$  c'est-à-dire des plis croisés. Comme sortie ou paramètre récolté, nous avons l'énergie absorbée pendant l'impact, la taille de l'endommagement (externe), la profondeur de l'indentation, et les endommagements à travers l'épaisseur qui sont aussi appelés endommagements internes. L'impacteur utilisé est d'un diamètre de 16 mm. De manière générale on remarque que la plaque avec une orientation de plis à  $0^\circ$  se fracture à des énergies faibles comparée à la plaque avec des plis croisés. La séquence  $[0/90]_{4s}$  a montré une capacité d'absorption de l'énergie plus élevée, jusqu'à 3 fois plus grande que celle de l'unidirectionnelle comme observé sur **la Figure II-33**. La présence des plis orientée à  $90^\circ$  qui sont perpendiculaires aide à minimiser la propagation de la fissure à travers l'épaisseur de l'échantillon et donc résiste à des énergies d'impact plus élevées.

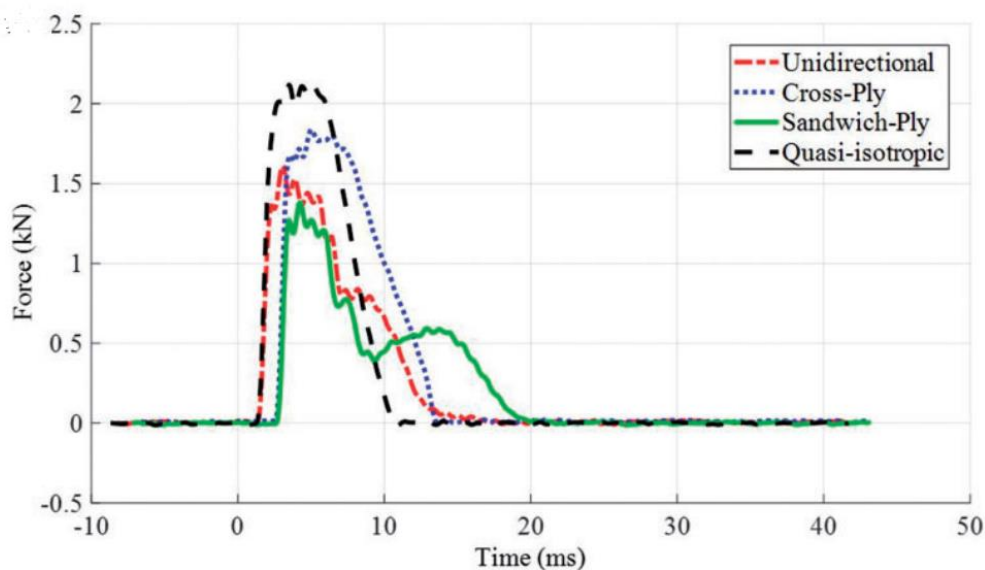


**Figure II-33. Comparaison de l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact pour les deux séquences d'empilement [72].**

Dans le travail de Y. Lebaupin [74], l'auteur a porté son étude sur l'influence de l'orientation des plis sur le comportement en impact, énergie absorbée et endommagement en considérant la force maximale atteinte. Plusieurs orientations ont été établies et qui sont :  $[0]_8$ ,  $[0/90]_{2s}$ ,  $[0_2/90_2]_s$  et  $[45/0/-45/90]_{2s}$ . L'auteur dans ce travail a utilisé un impacteur de 20 mm. D'après



les résultats des graph force/temps. Pour tous les échantillons une première partie linéaire est observée, ce qui correspond au comportement élastique couramment rapporté dans la littérature. Ensuite, la charge due à l'impact augmente progressivement pour atteindre son maximum avant de diminuer graduellement jusqu'à zéro. Dans ce cas-là on peut distinguer deux types de profils de courbes (chute directe et chute progressive) (**Figure II-34**). Une charge d'impact maximale plus élevée est observée dans les stratifiés quasi-isotropes et à plis croisés par rapport aux stratifiés unidirectionnels et de type sandwich. En outre, la charge d'impact diminue constamment et rapidement dans ces deux premiers ( $[0/90]_{2s}$  et  $[45/0/-45/90]_{2s}$ ). D'autre part, les échantillons sandwich et unidirectionnels présentent une chute de charge progressive caractérisée par un temps de contact plus long. En fait, le temps de contact des spécimens unidirectionnels et en sandwich est, respectivement, de 16 et 20 ms. Les différences dans la force maximale peuvent être dues à différents modes de défaillance induits : fissuration de la matrice, délamination, rupture de la fibre. Ces mécanismes de dommages interagissent généralement les uns avec les autres.



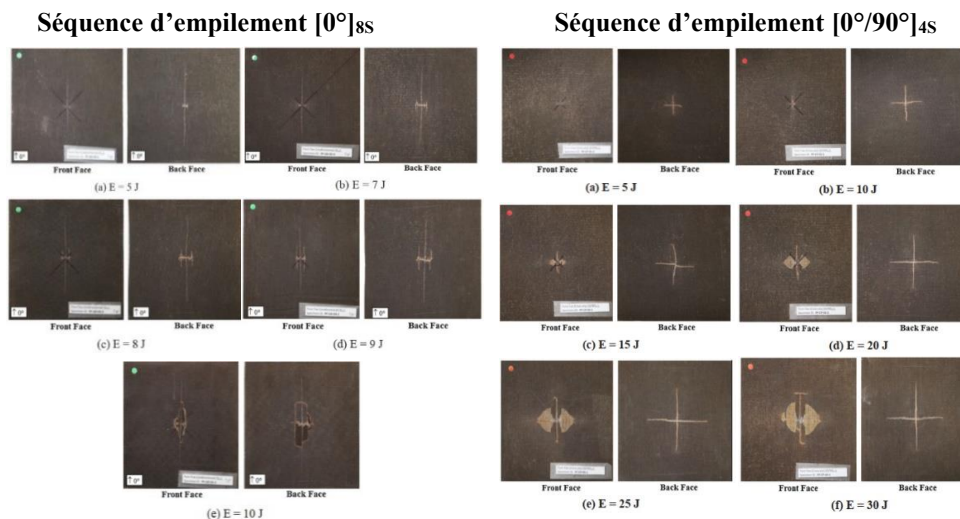
**Figure II-34. Comparaison de la force de perforation pour les différentes dispositions de plis dans le stratifié. [74]**

### II.4.3 Endommagements externes et internes des composites à fibres de lin sous impact à basse vitesse

Lorsqu'un composite stratifié est soumis à une force d'impact, l'énergie de l'impact est absorbée par la déformation du matériau et la création de nouvelles surfaces par différents mécanismes d'endommagements. L'évolution de ces derniers dans un matériau composite est un processus complexe car il implique différents types de mécanismes tels que la fissuration de la matrice, le délaminage, la rupture des fibres, le décollement et l'arrachement des fibres, qui interagissent généralement les uns avec les autres lors d'un impact à faible vitesse.

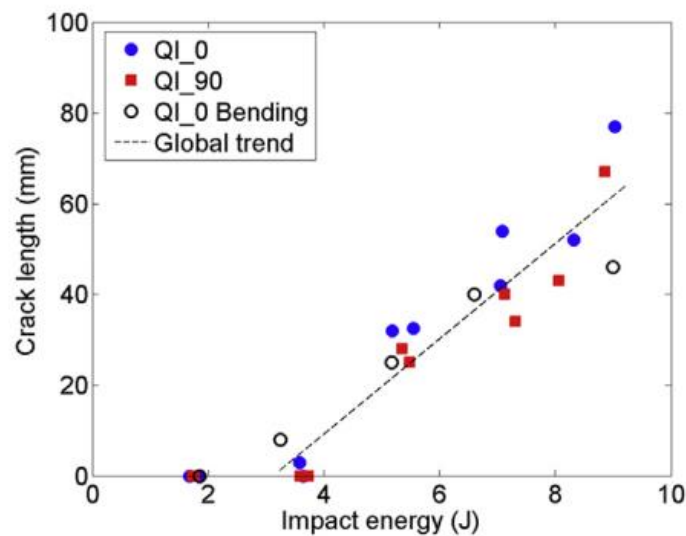
- **Endommagements externes**

Les endommagements externes, aussi dits les endommagements visuels sont mesurés en analysant les surfaces externes de l'échantillon impacté en termes de longueur de fissure et de profondeur de l'indentation. **La Figure II-35** montre l'évolution de l'endommagement sur la face impactée et la face arrière de l'échantillon, on remarque que la forme de l'endommagement est de type rectangulaire pour la plaque avec des plis orientés à  $0^\circ$  et sous forme de papillon pour la plaque avec une orientation de plis croisée. Il est à noter que la fissure se propage dans la direction longitudinale des fibres, et donc la présence des plis croisés dans la plaque avec une séquence d'empilement  $[0^\circ/90^\circ]_{4S}$  a ralenti la propagation de la fissure, et a conduit vers des énergies de rupture allant jusqu'à 3 fois (passe de 10 J à 30 J) que pour la plaque avec une orientation de plis à  $0^\circ$  [75].



**Figure II-35. Propagation de la fissure en entrée et en sortie de la plaque pour les deux séquences d'empilement utilisées [75].**

Dans le travail de Liang [73], l'auteur a utilisé des composites à couche mince faite à partir d'un lin/époxy unidirectionnel. Deux séquences d'empilements ont été utilisées QI\_0 pour  $[0/90/45/-45]_{2s}$  et Qi\_90 pour  $[90/0/-45/45]_{2s}$ . Les échantillons ont été fabriqués par la méthode de drapage souvent utilisée en composite stratifié, une presse hydraulique avait été utilisée à 7 Bars pendant 8h avec une température à 60°. Les plaques ont une épaisseur de 2.85 mm pour le test d'impact un impacteur hémisphérique de 16 mm est utilisé. Les résultats concernant la longueur de la fissure sont montrés sur la **Figure II-36** À 2J pas de dommage visible n'était observé ni en entrée ni en sortie.



**Figure II-36. Longueur de la fissure en fonction de l'énergie d'impact. [73]**

Cependant, certains délaminages ont été observés au microscope près de la surface arrière. À 4J, de petites fissures commencent à apparaître sur la surface arrière et les délaminages inter-laminaires deviennent plus sévères. À 6J, un mécanisme d'endommagement combiné est observé, avec la présence de délaminages et de fissures. Les fissures apparaissent d'abord, suivies par le délaminage induit par la rupture de l'interface entre les couches. L'auteur remarque que le délaminage se produit entre les couches 0 et 90. À 8 et 10J, ainsi que des ruptures de fibres et des fissures de 0.5 à 1.5 mm de longueur, ainsi que la cassure du pli inférieur (voir **Figure II-37**).

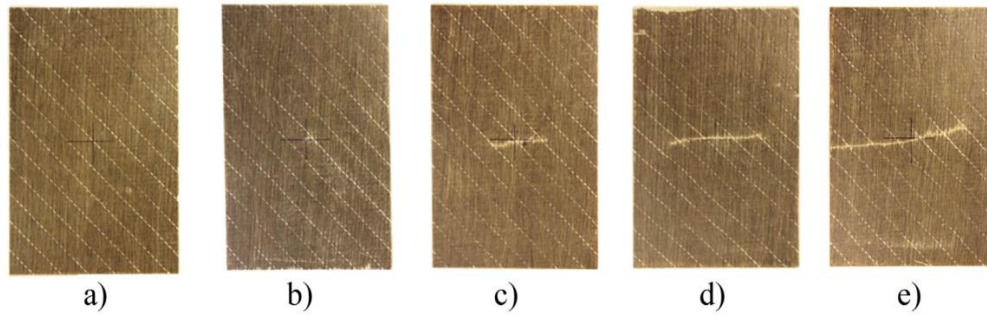


Figure II-37. Vu arrière de l'échantillon QI\_0 avec différent niveau d'énergie a) 2 J, b) 4 J, c) 6 J, d) 8 J, e) 10 J. [73]

- **Endommagements internes**

Afin d'évaluer les dommages internes dus à l'impact, les stratifiés unidirectionnels sont généralement sectionnés (Vue de coupe) à travers les fissures longitudinales à environ 5 mm du point d'impact. Les stratifiés à plis croisés quant à eux sont sectionnés sur un côté de la zone de délaminage jusqu'à la fissure longitudinale à environ 5 mm du point d'impact. Les échantillons sont examinés au microscope optique afin d'observer les mécanismes d'endommagement existants tels que la rupture des fibres, la fissuration de la matrice, la délaminage, le décollement de la matrice et l'arrachement des fibres. Un schéma d'un dommage typique en coupe transversale sur les stratifiés unidirectionnels et à plis croisés sont représentés sur la **Figure II-38** avec différentes énergies d'impact. Ce type d'endommagement peut aussi être observé en utilisant le procédé de tomographie à rayons X.

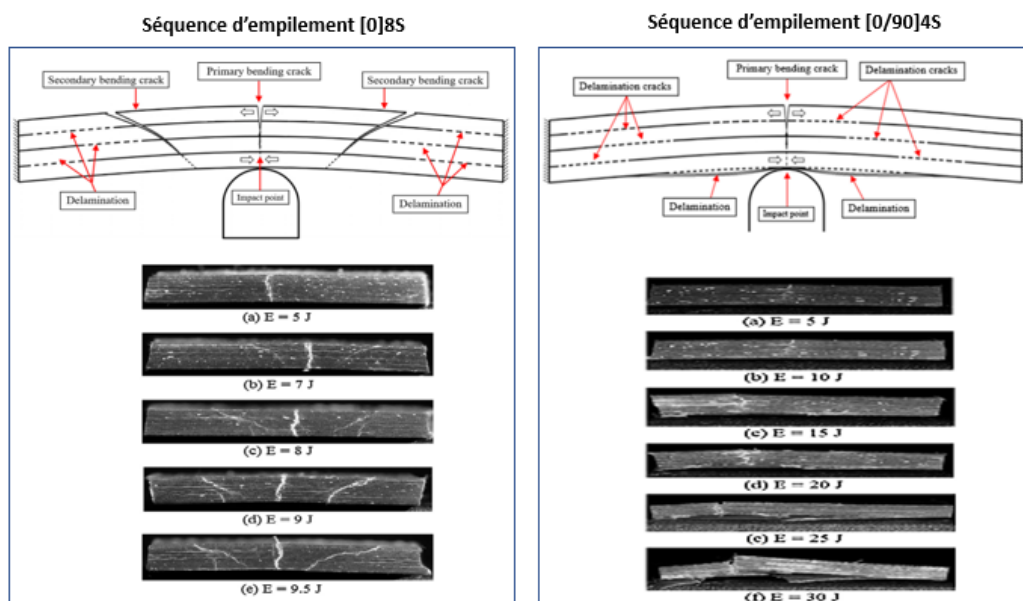


Figure II-38. Propagation de la fissure en profondeur pour les deux séquences d'empilement [75].

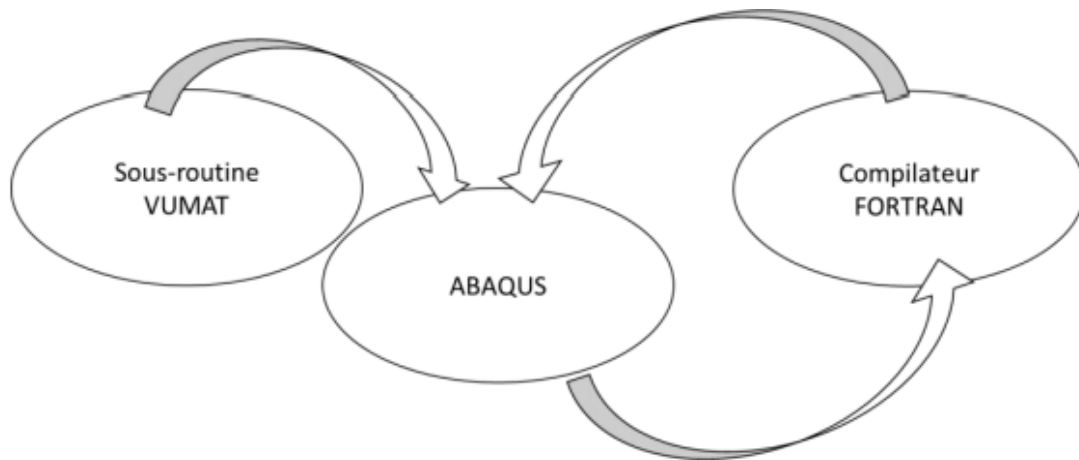
## II.5 Partie V : La modélisation numérique

La modélisation numérique est un outil qui nous permet de mettre en place et reproduire des essais expérimentaux qui sont à la fois chers et parfois difficiles de reproduire. Ceci devient plus intéressant quand il s'agit de matériaux composites, car la fabrication de ces derniers revient chère à savoir quand il s'agit des essais normalisés ou les échantillons sont de grandes tailles, comme dans le test de l'impact à basse vitesse, ou les échantillons sont rectangulaire de dimensions (150 mm × 100 mm) [64].

### II.5.1 La modélisation numérique

En général dans les logiciels de modélisation par éléments finis tel que Abaqus, la modélisation se repose sur trois éléments essentiels et qui sont :

- La Sous-routine VUMAT
- Le compilateur Fortran
- La modélisation Abaqus (voir **Figure II-39**)



**Figure II-39. Principe de la modélisation numérique [88].**

L'étape initiale consiste à élaborer le modèle géométrique de l'éprouvette, en lui appliquant des conditions aux limites pertinentes, que ce soit par encastrement ou par restriction de déplacement dans une direction déterminée, afin de refléter au mieux les conditions expérimentales. Les conditions de simulation tiennent compte du matériau de l'éprouvette et de la nature du chargement, qui dépendent du type de test réalisé (traction, compression, flexion, impact à basse vitesse, etc.). Ce processus est effectué dans l'environnement ABAQUS/CAE et résulte en la création d'un fichier de type CAE. Avant le lancement des simulations, un fichier

INP, lisible par ABAQUS Standard ou Explicit, est généré, contenant toutes les commandes, notes et données nécessaires pour faire fonctionner le logiciel ABAQUS. Par ailleurs, la sous-routine Vumat détaille la loi de comportement du matériau, cherchant à imiter avec la plus grande fidélité possible les différents modes de déformation, d'endommagement et de rupture qui peuvent être observés lors de l'utilisation [89-90].

## II.5.2 Modélisation du matériau et des critères de rupture

ABAQUS/Explicit offre des modèles d'endommagement avancés pour prédire l'initiation et modéliser l'évolution des dommages dans les matériaux composites présentant un comportement anisotrope, tels que les structures laminées. Ces modèles s'appuient sur le critère d'initiation des dommages basé sur la théorie de rupture de Hashin, intégrant des critères spécifiques pour la tension et la compression des fibres, ainsi que pour la tension et la compression de la matrice, couvrant ainsi quatre mécanismes distincts d'initiation des dommages. Selon la théorie de rupture de Hashin pour la rupture des fibres et celle de Puck pour la rupture de la matrice, nous dérivons les équations (1), (2) et (3). Ces équations font intervenir  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$ ,  $\sigma_{33}$ ,  $\sigma_{12}$  comme composantes du tenseur de contrainte au niveau d'un point d'intégration de l'élément. Les variables  $dft$  (endommagement en traction des fibres),  $dfc$  (endommagement en compression des fibres),  $dmt$  (endommagement en traction de la matrice) et  $dmc$  (endommagement en compression de la matrice) représentent les degrés d'endommagement associés aux différents modes de rupture.  $X1t$  et  $X2t$  désignent les contraintes de rupture en traction le long de la direction des fibres et en direction transverse, respectivement, tandis que  $X2c$  est la contrainte de rupture en compression dans la direction transverse. Enfin,  $S11$ ,  $S12$  et  $S13$  représentent les contraintes de rupture en cisaillement.

Rupture de la fibre en traction ( $\sigma_{11} \geq 0$ )

$$\left(\frac{\sigma_{11}}{S_{11}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{11}}{S_{12}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{11}}{S_{13}}\right)^2 = 1, d_{ft}=1 \quad (1)$$

Rupture de la fibre en compression ( $\sigma_{11} < 0$ )

$$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_{1c}}\right)^2 = 1, d_{fc}=1 \quad (2)$$

Rupture de la matrice

$$\left(\frac{\sigma_{11}}{2X_{1t}}\right)^2 + \frac{\sigma_{22}^2}{|X_{1t} \cdot X_{1t}|} + \left(\frac{\sigma_{12}}{\sigma_{12}}\right)^2 + \sigma_{22} \left(\frac{1}{X_{2t}} + \frac{1}{X_{2c}}\right) = 1 \quad (3)$$

$$\sigma_{11} + \sigma_{12} > 0, d_{mt}=1$$

$$\sigma_{22} + \sigma_{33} > 0, d_{mc}=1$$

### II.5.3 Évolution de l'endommagement

Lorsqu'un des critères d'initiation de l'endommagement est rempli, l'application d'une charge supplémentaire conduit à une réduction des coefficients de rigidité du matériau. Par conséquent, une loi d'évolution linéaire des dommages est adoptée pour modéliser la progression des dommages au sein du matériau composite après leur apparition.

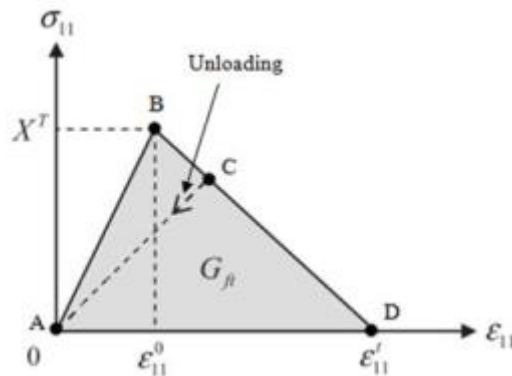


Figure II-40. Évolution de l'endommagement des fibres en tension [91].

La **Figure II-40** illustre le modèle bilinéaire de l'endommagement progressif, composé initialement d'une section ascendante qui reflète la réversibilité du comportement du matériau de A à B sous une faible charge, le matériau restant intact jusqu'au point B. À ce stade, une fois

la contrainte intra-laminaire admissible atteinte (au point B, marquant le début de l'endommagement avec  $d = 0$ ), la rigidité de l'interface commence à se dégrader, menant à une rupture du contact et à la propagation de l'endommagement de B vers D. Cette phase est désignée par la loi d'évolution. Avec l'augmentation de la charge, l'énergie commence à être dissipée entre B et D. Au point C, l'énergie critique de fracture est entièrement dissipée, correspondant à l'aire sous la courbe bilinéaire égale à la ténacité  $G_{ft}$  du matériau, où la fissure est considérée comme formée. À ce moment, la décharge élastique se fait vers l'origine avec une rigidité diminuée. Un rechargement empruntera le même chemin jusqu'à atteindre à nouveau le point C, avant de progresser vers une rupture totale au point D ( $d = 1$ ), où ( $d$ ) symbolise le degré d'endommagement, évoluant de 0 à 1 [91]. Ce modèle surveille l'avancement de l'endommagement dans chaque mode de défaillance de la fibre et de la matrice, illustrable par l'expression suivante :

$$d_i = \frac{\varepsilon_{11}^t(\varepsilon_{11} - \varepsilon_{11}^0)}{\varepsilon_{11}(\varepsilon_{11}^t - \varepsilon_{11}^0)} ; \varepsilon_{11}^0 \leq \varepsilon_{11} \leq \varepsilon_{11}^t \quad i \in (fc, ft, mc, mt)$$

$\varepsilon_{11}^0$  : représente la déformation normale initiale correspondant à la déformation d'initiation de rupture soit en traction soit en compression ;

$\varepsilon_{11}^t$  : correspondent à la déformation maximale lorsque les contraintes sont égales à zéro et que la fibre (ou matrice) est complètement endommagée en traction ou en compression

$G_{ft}$  est l'énergie de fracture

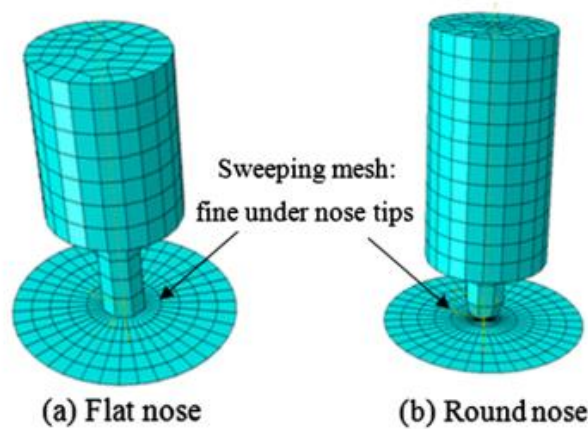
#### II.5.4 Les travaux de la littérature sur la modélisation numérique de l'impact à basse vitesse

Cette partie concerne les travaux menés sur la modélisation numérique de l'impact à basse vitesse pour les composites stratifiés

Dans l'étude menée par Farooq et al [92 -93], une approche de modélisation par éléments finis a été élaborée pour examiner les effets d'impact à basse vitesse sur des stratifiés composites épais, en employant des impacteurs de forme plate et ronde. Cette modélisation a été réalisée au moyen du logiciel ABAQUS/Explicit, comme illustré dans la **Figure II-41**. Pour la prédiction des endommagements résultant de l'impact, le critère de rupture de Hashin a été appliqué. Afin de détailler la réponse du matériau à travers ses différents plis, notamment le phénomène de délaminage, des techniques de maillage adaptatif ainsi que l'incorporation des effets liés à l'épaisseur ont été mises en œuvre. Le matériau étudié, caractérisé par une épaisseur



considérable (24 plis pour une épaisseur totale de 7.4 mm), a montré une résilience aux impacts jusqu'à une vitesse de 4,76 m/s.



**Figure II-41. Modélisation numérique d'un test d'impact avec a) impacteur plat, b) impacteur rond [92].**

Dans l'étude réalisée par Bozkurt [94], une configuration expérimentale destinée à l'évaluation de l'impact a été conceptualisée et soumise à une analyse par éléments finis, illustrée en **Figure II-42**, où un impact de 15 joules a été appliqué sur un échantillon de plaque en composite à matrice de carbone renforcé de fibres (CFRP) de configuration  $[0_4/90_4/0_4]_s$ , au sein du logiciel ABAQUS/Explicit. La modélisation a intégré une matrice de compatibilité spécifique au matériau ainsi que les modalités de rupture des fibres des composites renforcés, développées et implémentées dans le modèle au travers de la sous-routine VUMAT. La simulation de l'endommagement par délaminage au sein de la plaque a été réalisée en intégrant des éléments cohésifs aux interfaces entre les plis de différentes orientations. Les résultats obtenus de cette analyse révèlent que le mécanisme de rupture initial lors d'un événement d'impact à basse vitesse en 3 dimensions est représenté par la fissuration de la matrice au niveau des plis inférieurs, indépendamment de l'ordre d'empilement du stratifié. Bien que cette fissuration matricielle n'entraîne pas une réduction significative de la résistance à l'impact, elle s'avère cruciale dans l'évaluation des performances du matériau, car elle contribue à l'initiation du délaminage, identifié comme l'un des modes de rupture les plus dissipatifs d'énergie au sein des composites. Il est également constaté que les zones de délaminage se développent parallèlement aux fibres de la couche inférieure adjacente, ce qui corrobore le principe de désaccord de rigidité en flexion, comme la montre la **Figure II-43**.

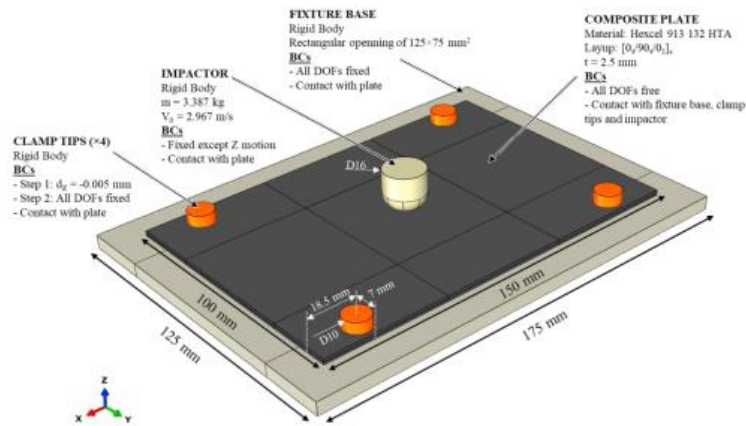


Figure II-42. Géométrie et conditions aux limites de la simulation numérique [94].

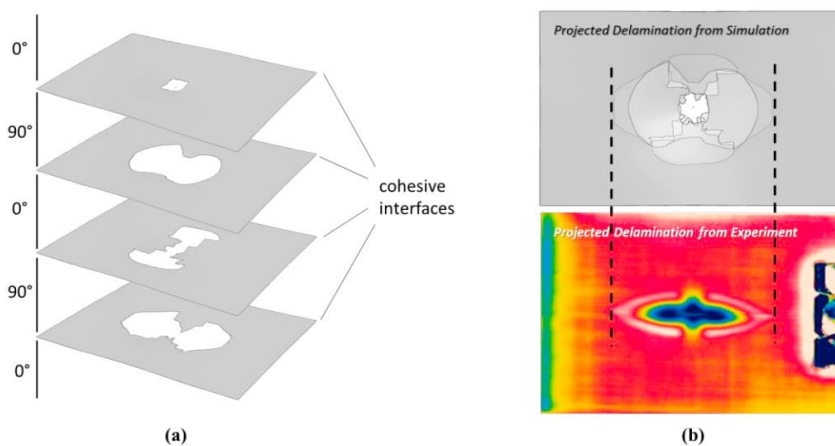


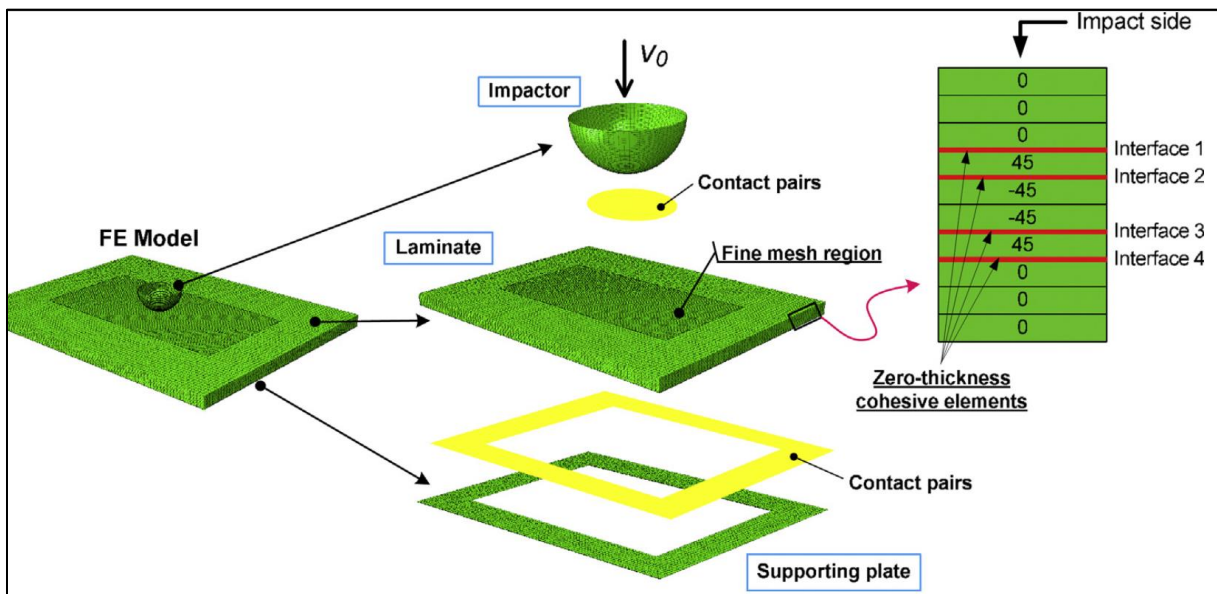
Figure II-43. a) Le délaminage dans l'interface 0/90 à la fin de la simulation, b) comparaison entre les résultats du délaminage numérique et expérimental [94].

Dans l'étude de Feng et al. [95], des modèles de rupture fondés sur l'énergie, intégrant à la fois les dommages intra-laminaire affectant la matrice et les fibres ainsi que les éléments cohésifs des interfaces pour simuler les délaminations entre les couches, ont été employés afin de caractériser la réponse des plaques stratifiées multidirectionnelles soumises à des impacts à faible vitesse sur un spectre étendu d'énergies d'impact (voir **Tableau II-6** et **Figure II-44**). Cette recherche avait pour objectif d'évaluer l'efficacité de cette méthode de simulation et de souligner l'importance de la modélisation précise des modes de rupture et d'endommagement au sein des couches. Les modèles constitutifs décrivant les endommagements intra-laminaire et inter-laminaire ont été intégrés au sein du logiciel ABAQUS/Explicit FE via des sous-routines VUMAT dédiées. Le modèle par éléments finis développé a réussi à reproduire de manière satisfaisante la réponse structurelle des échantillons testés, ainsi que la chronologie des mécanismes d'endommagement à travers l'ensemble du spectre des énergies d'impact étudiées.

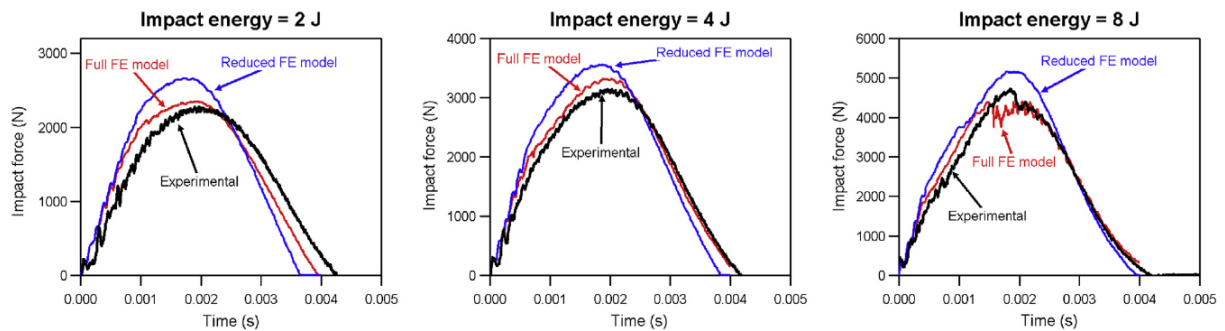
Une concordance notable a également été observée entre les résultats expérimentaux et les prédictions (voir **Figure II-45**).

**Tableau II-6. Propriétés du matériau graphite/époxy ainsi que de l'interface entre les plis [95].**

Layer properties	$E_{11} = 122 \text{ GPa}; E_{22} = E_{33} = 6.2 \text{ GPa}; \nu_{12} = \nu_{13} = 0.35; \nu_{23} = 0.5;$ $X_t = 1850 \text{ MPa}; X_c = 1470 \text{ MPa}; Y_t = 29 \text{ MPa}; Y_c = 140 \text{ MPa};$ $G_{ft} = 92 \text{ kJ/m}^2; G_{fc} = 80 \text{ kJ/m}^2;$ $G_{mt} = 520 \text{ J/m}^2; G_{mc} = 1610 \text{ J/m}^2$
Interface properties	$k_N = 120 \text{ GPa/mm}; k_S = k_T = 43 \text{ GPa/mm};$ $N = 30 \text{ MPa}; S = T = 80 \text{ MPa};$ $G_{IC} = 520 \text{ J/m}^2; G_{IIC} = G_{IIIC} = 920 \text{ J/m}^2$

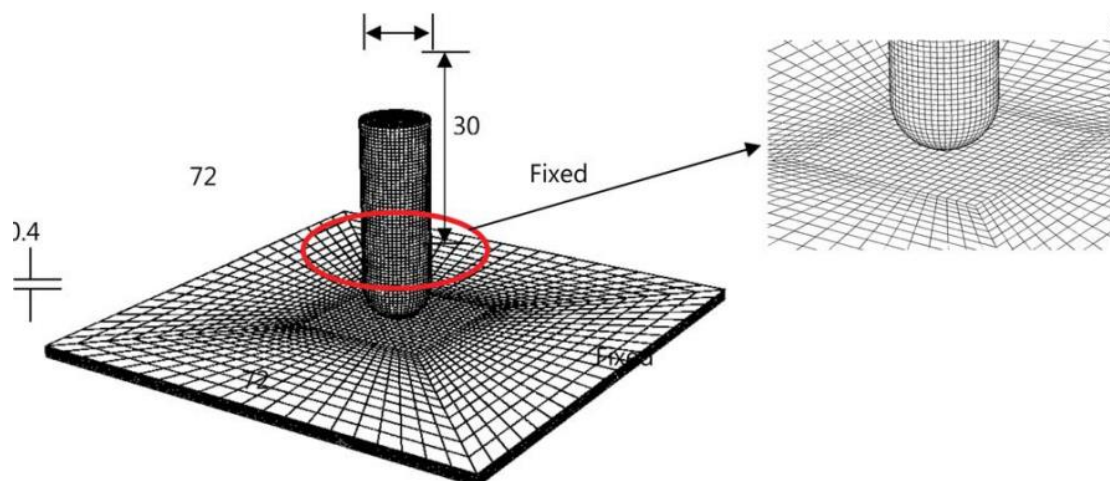


**Figure II-44. Géométrie et conditions aux limites du modèle numérique [95].**



**Figure II-45. Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques prédits à différentes impact énergies [95].**

Un modèle par éléments finis de complexité modérée a été employé par J. Fan et al. [96] pour évaluer la résistance à la perforation de plaques en GFRP (plastique renforcé de fibre de verre) soumise à un impact à faible vitesse, comme illustré dans la **Figure II-46**.



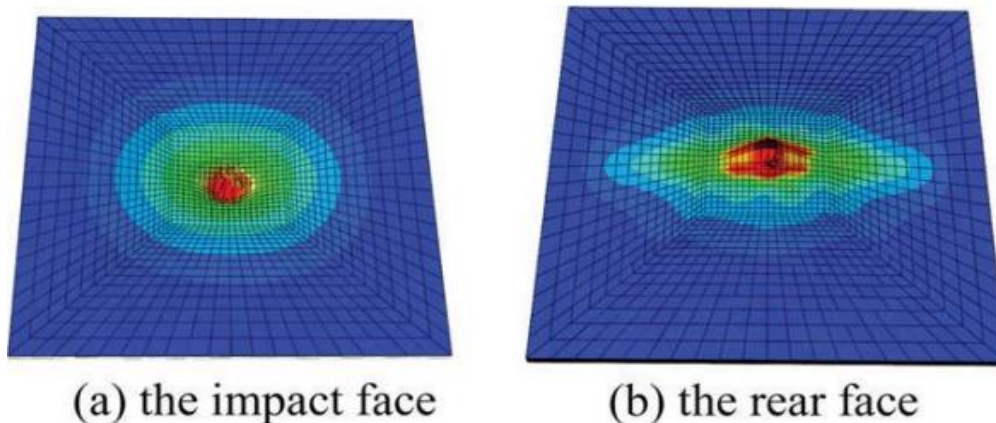
**Figure II-46. Disposition du maillage dans la modélisation numérique [96].**

Dans cette étude, des éléments de coque (Continuum Shell elements) ont été utilisés pour simuler les couches stratifiées en fibre de verre. Ce choix s'est porté afin de faciliter l'intégration des critères d'endommagement et de rupture de Hashin proposés dans le logiciel Abaqus/Explicit. Les paramètres analysés comprenaient l'épaisseur de la plaque, ainsi que le diamètre et la forme de l'impacteur. Il a été constaté que l'énergie nécessaire pour la perforation croît significativement avec l'accroissement de l'épaisseur de l'échantillon impacté. Par ailleurs, une augmentation du diamètre de l'impacteur entraîne une hausse de l'énergie de perforation, due à l'élargissement de la zone affectée par la perforation au sein du stratifié. Deux algorithmes de contact distincts ont été mis en œuvre pour simuler le contact et l'interaction dans le cadre

de cette recherche : un algorithme de contact général et un autre spécifique aux interfaces entre les plis. Afin de modéliser l'interaction entre les plaques GFRP et l'outil d'impact hémisphérique, une interaction de contact général a été définie entre les couches adjacentes, tandis qu'une interaction de contact de type surface-sur-surface a été établie entre la surface du projectile et l'ensemble de nœuds ciblant le centre de chaque couche. Le **Tableau II-7** répertorie les propriétés des interactions de contact adoptées dans cette étude. Dans Abaqus/Explicit, le coefficient de frottement, ajustable en fonction du taux de glissement et de la pression de contact, peut être fixé à toute valeur positive. Les dommages induits par l'impact sont présentés sur la **Figure II-47**.

**Tableau II-7. Les propriétés du contact [96].**

Interaction	Contact algorithms	Mechanical constraint formulation	Friction formulation	Friction coefficient	Pressure-overclosure	Contact stiffness (MPa)
pro-GFRP	contact pair	Kinematic	penalty	0.15	linear	0.5
GFRP-GFRP	general contact	Penalty	penalty	100 <sup>a</sup>	linear	15,000



**Figure II-47. Résultat correspondant à la zone endommagée [96].**

## II.6 Conclusions

Ce chapitre a exploré l'utilisation des fibres de lin comme renfort dans les composites, en soulignant leurs avantages environnementaux, économiques et mécaniques par rapport aux fibres synthétiques. Les composites à fibres de lin se distinguent par leur haute proportion de cellulose, leur faible coût et leur capacité à réduire significativement le poids des produits finaux, tels que les véhicules.

Cependant, malgré leurs nombreux avantages, les composites à fibres de lin peuvent présenter des défauts liés à la porosité lors du processus de fabrication. Ces imperfections peuvent considérablement altérer les propriétés mécaniques des matériaux. Plusieurs recherches citées dans ce chapitre mettent en évidence l'impact négatif de la porosité sur la résistance et la durabilité des composites notamment par des tests de traction, flexion et cisaillement, soulignant la nécessité d'une gestion précise de ce paramètre pour assurer des performances optimales.

En plus des défis liés à la fabrication, les composites à fibres de lin doivent faire face à des problèmes significatifs durant leur utilisation. Leur comportement hydrophile, la faible proportion de lignine dans le lin, ainsi que la photodégradation de la matrice époxy et de la cellulose, contribue à leur dégradation sous l'effet de l'exposition aux UV et à l'humidité. Ces facteurs accélèrent la détérioration des propriétés mécaniques des matériaux, compromettant leur longévité et leur fiabilité.

Ce chapitre vise à passer en revue les travaux de littérature existants, tout en mettant en évidence une lacune importante : peu de recherches ont analysé l'effet de la porosité et du vieillissement sur le comportement en impact des composites à fibres de lin, notamment sous des charges d'impact à basse vitesse. Un ensemble de travaux sur l'impact a été présenté, en tenant compte de la séquence d'empilement, ce qui démontre l'importance de faire un choix judicieux dans la fabrication. Les tests d'impact jouent un rôle crucial dans l'évaluation de la résistance des composites à fibres naturelles. Ces tests permettent de caractériser la résistance au choc des matériaux et d'étudier l'évolution de cette résistance en fonction de l'orientation des plis. De plus, une analyse post-impact peut fournir des informations précieuses sur l'effet des dommages induits sur les propriétés mécaniques des matériaux, ouvrant de nouvelles perspectives de recherche dans le domaine de la durabilité et de la résilience des composites à fibres végétales.

En conclusion, bien que les composites à fibres naturelles offrent des avantages significatifs, leur durabilité et leur fiabilité sous des conditions d'utilisation réalistes nécessitent une attention particulière. Il est essentiel de combler les lacunes dans la littérature scientifique en approfondissant les études sur l'effet du vieillissement et des défauts de fabrication sur le comportement mécanique des composites, afin de renforcer leur adoption dans diverses industries et de contribuer au développement durable.

Dans cette partie de notre travail, plusieurs modèles numériques sont présentés pour simuler les états de contrainte et de déformation au début et à l'évolution sous des charges d'impact à basse vitesse. Ces modèles permettent de considérer les deux catégories de dommages : intra-laminaire et inter-laminaire. D'après la bibliographie, nous concluons que le critère HASHIN reste le plus utilisé pour la prédiction du critère d'initiation dans l'endommagement intra-laminaire. Pour la prédiction d'endommagement inter-laminaire, le modèle de zone cohésive représente le modèle préféré et le plus utilisé, car il permet de mettre en évidence le délaminage entre les couches ainsi que l'observation de l'évolution de la zone endommagée en fonction de la profondeur du pli.

# **Chapitre III.**

## **Méthodologie**



## Chapitre III. Méthodologie

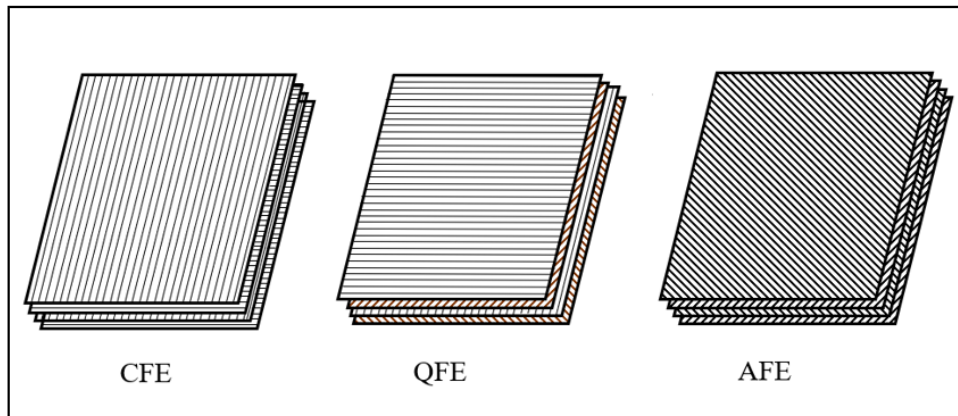
Ce chapitre dévoile une méthodologie expérimentale rigoureuse articulée autour de deux axes majeurs : l'effet de la porosité et du vieillissement accéléré sur le comportement mécanique du composite lin/époxy, visant à élucider les interactions complexes entre les caractéristiques structurales et les propriétés mécaniques sous diverses sollicitations notamment en impact, flexion, flexion après impact ainsi qu'en traction.

### III.1 Partie I : Analyse de l'influence de la porosité

Dans le cadre de cette étude, nous explorons l'influence de la présence d'un taux de porosité élevé sur les propriétés mécaniques des composites lin/époxy sous un chargement d'impact et post-impact. Reconnaissant la porosité comme un facteur potentiellement critique dans la performance des matériaux composites, nous avons spécifiquement investigué comment différentes énergies d'impact, 2,7 J à 25 J, affectent la rigidité et la résistance des échantillons. Cette démarche vise à établir une compréhension approfondie de la dispersion des résultats d'impact, allant de dommages visuels mineurs à des défaillances plus marquées, sans toutefois entraîner de perforation des échantillons. Cette analyse permet d'avoir plus d'informations sur la tolérance aux dommages des composites en présence de porosité, contribuant ainsi à une meilleure compréhension de leur comportement structural dans des conditions d'impact variées.

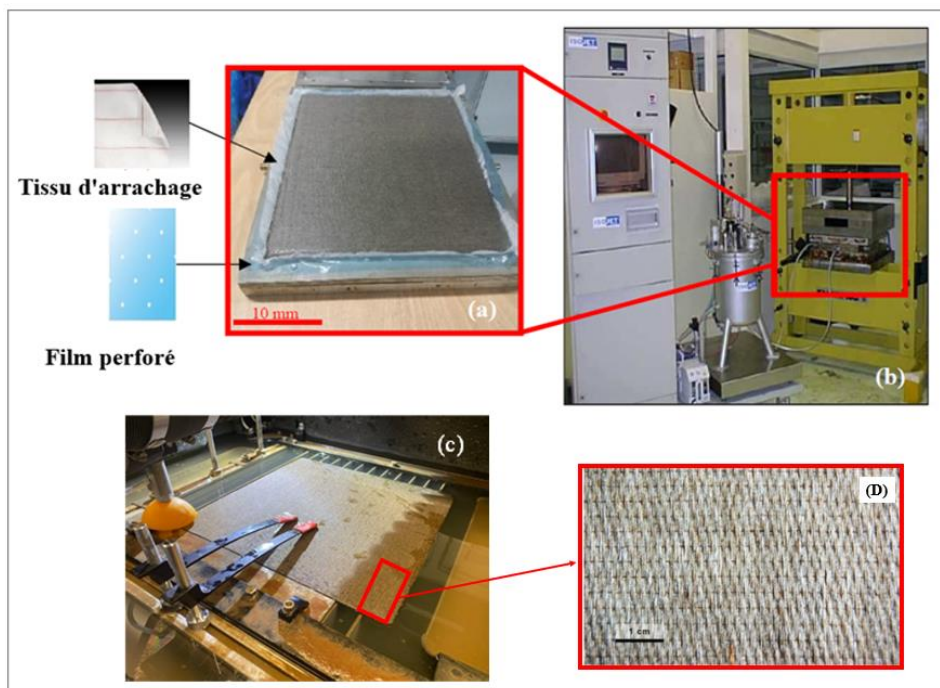
#### III.1.1 Matériaux et échantillons

Des plaques composites de lin/époxy composées de 16 couches d'un unidirectionnel préimprégné de lin/époxy ont été fabriquées en utilisant un processus de moulage par compression. Le préimprégné utilisé a été fourni par Lineo NV, Belgique, et caractérisé par une densité surfacique de 180 g/m<sup>2</sup> et une épaisseur de 0,26 mm. Trois différentes configurations d'empilement ont été étudiées (voir **Figure III-1**), incluant une configuration à plis croisés (CFE) [0/90]<sub>4s</sub>, une quasi-isotropique (QFE) [90/45/0/-45]<sub>2s</sub>, et une configuration à plis croisés (AFE) [±45]<sub>16</sub>. L'épaisseur totale de chaque stratifié était de 4,16 mm.



**Figure III-1. Les différentes séquences d'empilement étudiées.**

Après l'opération de superposition, les plaques ont été durcies pendant 1 heure à 150°C sous une pression atmosphérique en utilisant une presse hydraulique d'ENERPAC pour sa plaque chauffante (voir Figure III-2). La température a été augmentée progressivement à un taux de 2°C par minute. Suite au processus de durcissement, les spécimens ont été précisément découpés à l'aide d'une découpeuse à jet d'eau abrasive aux dimensions de 150 x 100 mm<sup>2</sup>, conformément aux directives stipulées par l'ASTM D7136 [64]. Pour assurer la fiabilité de nos tests, un nombre adéquat de spécimens a été préparé, permettant trois répétitions dans tous nos tests subséquents (Voir Tableau III-1).



**Figure III-2. Préparation de la plaque lin/époxy, a) préparation du moule, b) presse hydraulique, c) découpage des échantillons par jet d'eau abrasif, d) Échantillon.**

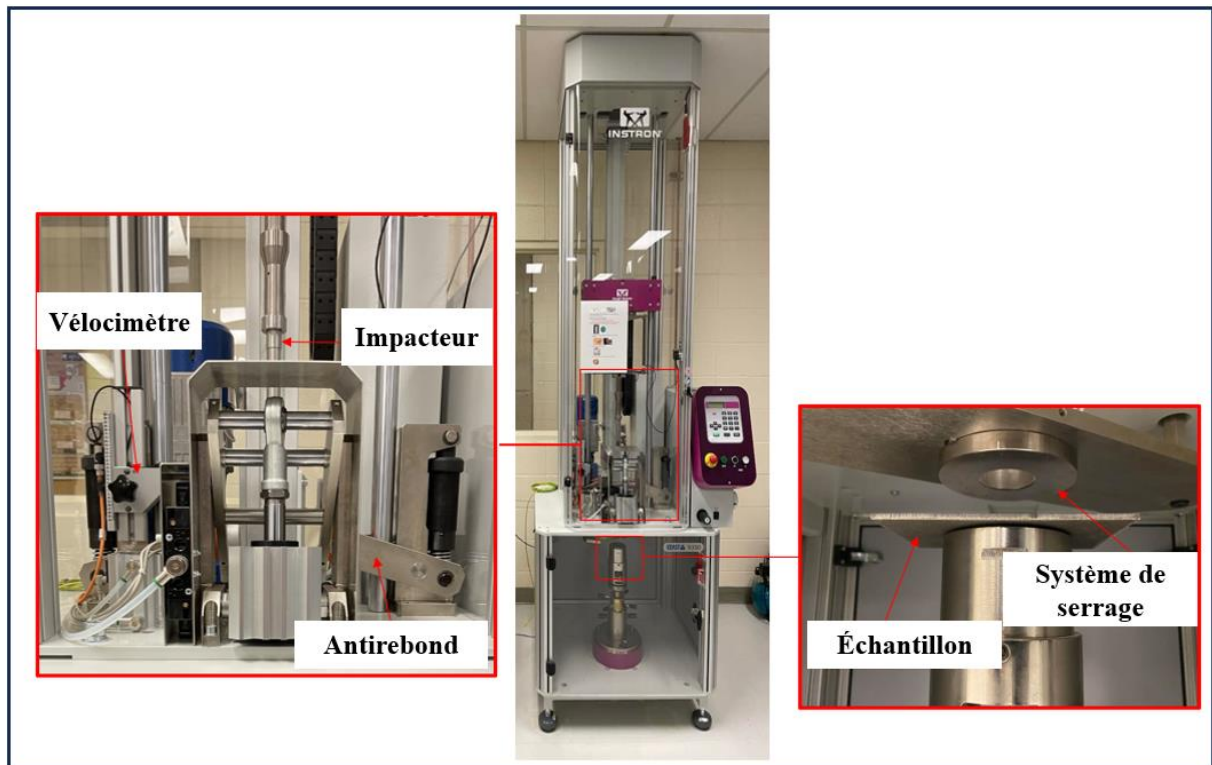
**Tableau III-1. Éprouvettes en lin/époxy pour la partie expérimentale fabriquées à Toulouse, France, avec un taux de porosité élevé.**

**Lab 1 : Toulouse - France**

Stratification	Notation	t (mm)	État	Nombre d'éprouvettes		
				Impact	Traction	Flexion
[0/90] <sub>4s</sub>	CFE	4.16	Avec porosité	15	-	18
[90/45/0/-45] <sub>2s</sub>	QFE			15	-	18
[±45] <sub>16</sub>	AFE			15	-	18

**III.1.2 Test d'impact à faible vitesse**

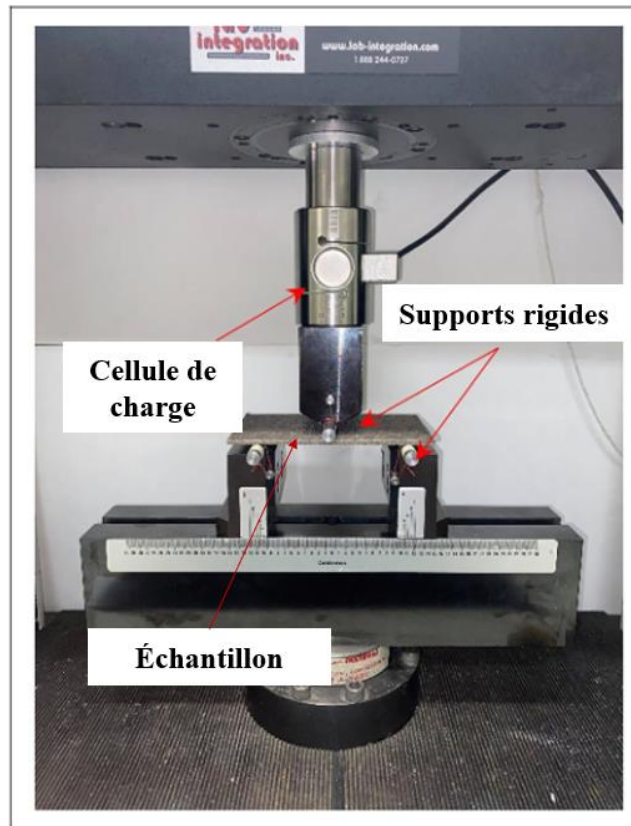
Pour évaluer l'influence du taux de porosité sur les matériaux composites à fibres de lin sous un chargement par impact (Impact à basse vitesse), des tests ont été réalisés en utilisant une machine d'impact de type Instron 9350 (voir **Figure III-3**). Les énergies d'impact sélectionnées variaient de 2,7 J, qui était le niveau d'énergie minimum requis pour activer le système anti-rebond de la machine, jusqu'à 25 J, qui a été déterminé comme suffisant pour perforer les spécimens composites sur la base de tests préliminaires et de données de revues de littérature [75, 97, 98]. Les données de charge d'impact ont été acquises à travers un système d'acquisition de données (CEAST DAS 64K) qui était connecté à la cellule de charge de 20 KN et impliquait une transformation du signal pour générer des données de force tracées en fonction du temps ou du déplacement. La configuration expérimentale suivait les directives de l'ASTM D7136 [1], en employant un impacteur hémisphérique de 16 mm de diamètre. La machine ajuste automatiquement la hauteur de chute lors des tests pour maintenir une masse constante tout en augmentant l'énergie d'impact.



**Figure III-3. Configuration expérimentale pour le test d'impact « Instron 9350 ».**

### **III.1.3 Flexion trois-points**

Après les tests d'impact, les échantillons ont été soumis à une charge de flexion en trois points suivant la norme ASTM D790 [99]. Ces expériences ont été menées à température ambiante en utilisant une machine électromécanique Instron U150-LM (voir **Figure III- 4**) équipée d'une cellule de charge de 10 kN. Une longueur de portée fixe de 100 mm a été employée, et une vitesse de déplacement de 2 mm/min a été appliqué jusqu'à ce que le spécimen atteigne la rupture. En soumettant les plaques à une charge de flexion, il a été possible d'évaluer et de mesurer efficacement les changements dans les propriétés mécaniques, résultant de l'événement d'impact. Par conséquent, des tests pré- et post-impact ont été réalisés afin d'avoir une comparaison efficace.



**Figure III-4. Configuration expérimentale pour le test de flexion après impact « Instron U150-LM ».**

### **III.1.4 Tomographie à rayons X**

Afin d'évaluer le type d'endommagement (microfissure, vide, délaminage, etc.) de manière non destructive et son étendue, les échantillons impactés ont été examinés à l'aide d'une tomographie par rayons X.

L'analyse tomographique a été réalisée en utilisant un micro-tomographe à rayons X EasyTom 130 (voir **Figure III- 5**). Les échantillons testés ont été exposés aux radiations produites par un tube à rayons X et ont été tournés sur 360° pour obtenir une séquence de tomogrammes 2D pour une reconstruction 3D. La tension et le courant d'alimentation du tube à rayons X étaient réglés respectivement à 130 kV et 300 mA [100]. Le scanner dispose d'un tube à rayons X à micro focale scellé qui a une taille de point de 3  $\mu\text{m}$  et d'un détecteur à panneau plat haute résolution de 1920  $\times$  1536 pixels de 127  $\mu\text{m}$ .

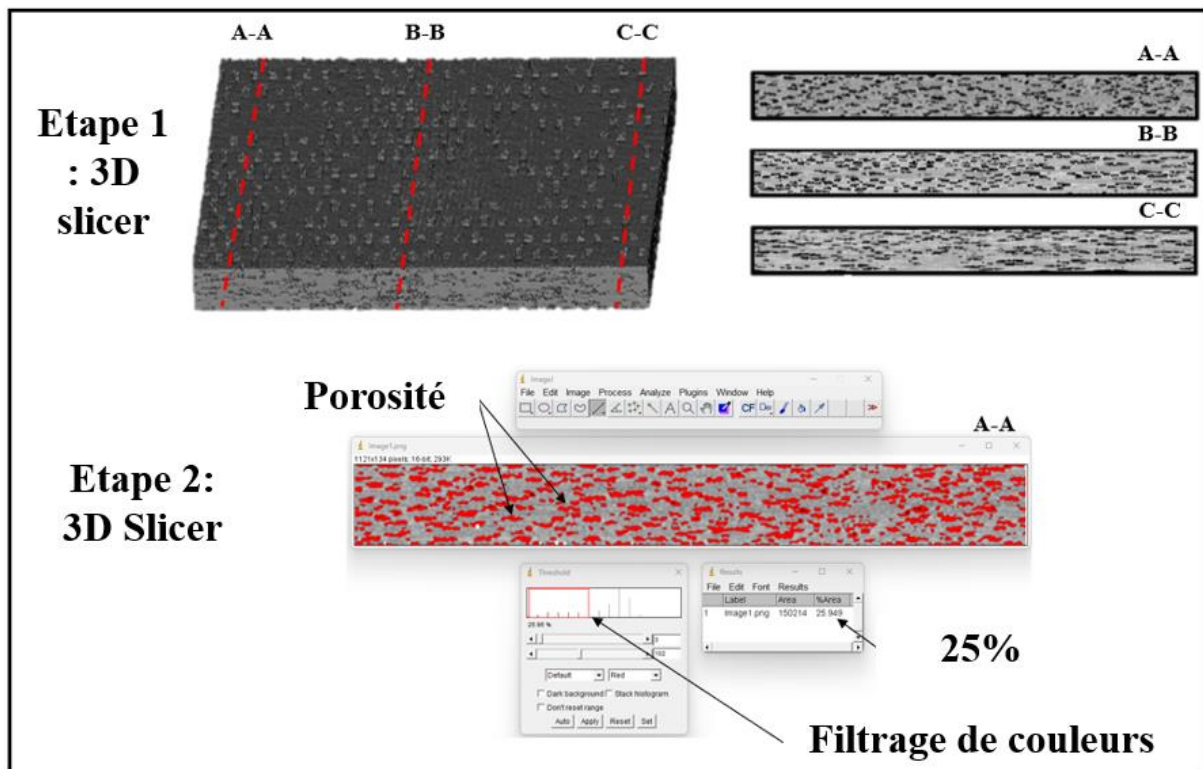


**Figure III-5. Micro-tomographe à rayons X EasyTom 130.**

### **III.1.5 Calcule du taux de porosité utilisant la Tomographie à rayons X**

Dans cette étude, nous avons utilisé le 3D Slicer, un logiciel open-source, reconnu pour sa capacité à analyser efficacement les images obtenues à partir du tomographe à rayons X. Le logiciel nous permet d'effectuer diverses tâches essentielles, incluant la reconstruction 3D, la segmentation, le filtrage et le masquage, facilitant l'analyse post-traitement. Pour déterminer le taux moyen de porosités à l'intérieur du laminé, nous avons sélectionné trois emplacements spécifiques sur les échantillons, nommés A-A, B-B, et C-C. Les images en coupe obtenues de ces emplacements ont ensuite été importées dans le programme ImageJ, permettant de réaliser un filtrage de couleur afin de mettre en évidence les régions de vide ou de porosité.

Le taux de porosité a été calculé pour chaque section en déterminant le rapport entre la zone de vide et la surface totale, exprimé en pourcentage ( $\% \text{ de vide} = (\text{Zone de vide} / \text{Zone totale}) * 100$ ). (Voir **Figure III-6**).



**Figure III-6. Quantification de la porosité. Étape 1 : reconstruction des images tomographiques en utilisant le logiciel 3D Slicer. Étape 2 : calcul de la porosité en utilisant le logiciel ImageJ.**

### III.2 Partie II : Analyse de l'influence du vieillissement accéléré

Dans le cadre de la recherche sur les matériaux composites à fibres de lin, la 'partie I' de ce chapitre a mis en lumière les défis associés à la porosité inhérente à la fabrication. Cependant, au-delà de la fabrication, l'application structurelle de ces composites exige une compréhension approfondie de leur comportement en présence de diverses sollicitations environnementales. En particulier, la durabilité et la résistance de ces matériaux face aux processus de vieillissement représentent un enjeu majeur pour leurs utilisations dans des contextes exigeants.

Le vieillissement des composites à base de fibres naturelles, induit par des facteurs tels que l'exposition aux UV, l'humidité et les changements de température, peut entraîner des modifications significatives de leurs propriétés mécaniques. Par conséquent, cette partie de l'étude se concentre spécifiquement sur l'effet du vieillissement accéléré sur les composites lin/époxy. À travers l'examen de trois configurations de stratification différentes - unidirectionnelle (UFE), à plis croisés (CFE), et quasi-isotrope (QFE) - notre objectif est d'élucider comment ces séquences d'empilements influencent la résistance et la durabilité des

composites face au vieillissement. Les méthodes d'analyse comprennent des essais mécaniques de traction et d'impact à basse vitesse, permettant une évaluation détaillée des changements dans les propriétés suite à l'exposition à des conditions environnementales accélérées.

### III.2.1 Matériaux et échantillons

Les plaques en composite laminé ont été fabriquées en utilisant le drapage manuel suivie d'un processus de moulage par compression. Le composite était composé de 16 couches de lin/époxy avec une densité surfacique de 150 g/m<sup>2</sup> fourni par Lineo NV, Belgique. Trois séquences d'empilement différentes ont été étudiées dans cette partie du travail : unidirectionnelle (UFE) [0]<sub>16</sub>, à plis croisés (CFE) [0/90]<sub>4s</sub> et quasi-isotrope (QFE) [90/45/0/-45]<sub>2s</sub>. Les plis étaient empilés manuellement dans un moule composé de 2 plaques d'aluminium carrées (381 mm × 381 mm) avec une épaisseur de 3,2 mm. Un tissu nylon perméable a été utilisé pour empêcher les fibres ou les résines de coller au moule et pour permettre l'évacuation de l'air en excès et de la résine. Afin de garantir une uniformité dans l'épaisseur du composite, d'empêcher les écoulements de résine et de contrôler la déformation des fibres, un cadre de 305 mm × 305 mm fut créé autour des plaques du moule à l'aide d'un ruban d'étanchéité en caoutchouc de 8 mm d'épaisseur. Les stratifiés obtenus étaient scellés sous vide et placés dans une presse hydraulique (Carver Auto Series Hydraulic Press). Le cycle de durcissement du composite était divisé en trois étapes. Premièrement, la plaque était chauffée jusqu'à 150° sous une pression de 2,5 bars pendant 30 min, puis maintenue à 150°C sous une pression de 5 bars pendant 150 min. La plaque était ensuite refroidie à la température ambiante sous 5 bars pendant 60 min. Ce cycle de durcissement avait été préalablement optimisé pour le lin/époxy, le verre/lin/époxy et le carbone/lin/époxy. Cette méthode a pour but d'obtenir une fraction volumique d'environ 50 % de fibre dans la plaque finale avec un contenu en vide acceptable de moins de 3 %. Les dimensions finales de la plaque composite étaient de 305 mm × 305 mm avec une épaisseur de 3,47 mm. À la suite du processus de durcissement, des échantillons pour les essais de traction ont été précisément découpés aux dimensions de 150 × 20 mm<sup>2</sup>, conformément aux directives stipulées par l'ASTM D3039 [101]. Des échantillons d'impact ont été découpés en 51 × 51 mm<sup>2</sup> selon la norme ASTM D5628 [102]. Pour garantir la fiabilité de nos essais, un nombre suffisant de spécimens a été préparé, permettant ainsi trois répétitions pour chaque test réalisé par la suite (Voir Tableau III-2).



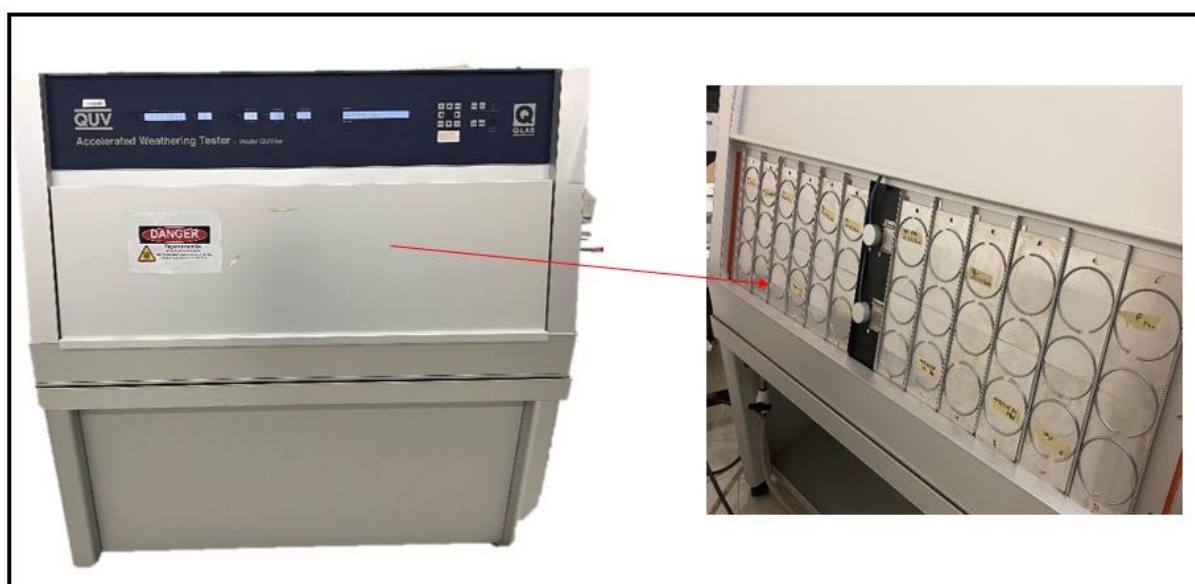
**Tableau III-2. Éprouvettes en lin/époxy pour la partie expérimentale fabriquées à Toronto, Canada, avec un faible taux de porosité.**

**Lab 2 : Toronto - Canada**

Stratification	Notation	t (mm)	État	Nombre d'éprouvettes		
				Impact	Traction	Flexion
[0/90] <sub>4s</sub>	CFE	3.47	Faible taux de porosité	15	15	-
[90/45/0/-45] <sub>2s</sub>	QFE			15	15	-
[0] <sub>16</sub>	UFE			15	15	-

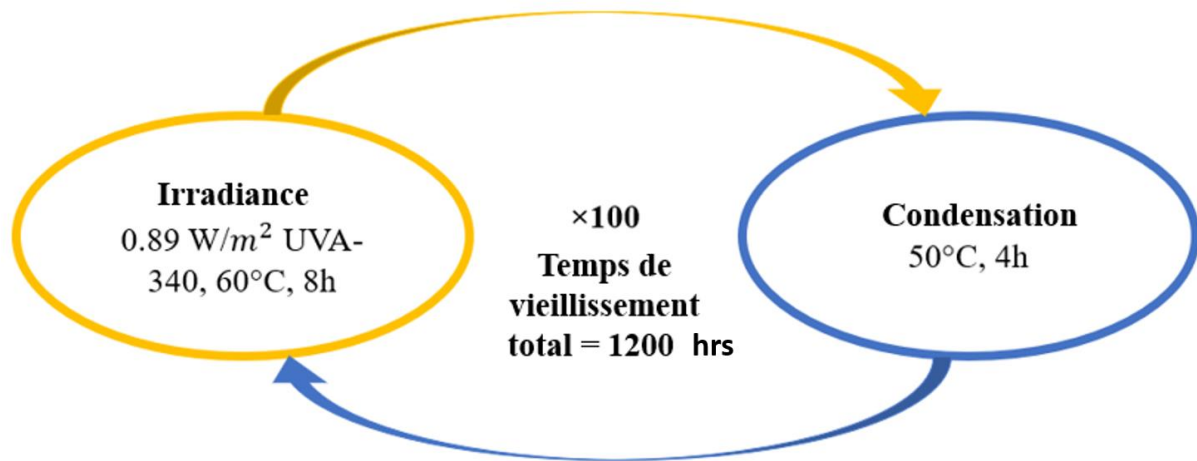
**III.2.2 Processus du vieillissement accéléré**

L'appareil QUV/SE fabriqué par Q-Lab États-Unis (voir **Figure III-7**) a été utilisé pour réaliser l'expérience de vieillissement artificiel accéléré conformément à la norme ASTM G154 [103]. L'appareil est équipé de lampes fluorescentes UVA-340 qui émettent un rayonnement UV principalement à 340 nm. Le processus de vieillissement s'est étendu sur un total de 1200 heures, au cours desquelles cinq prélèvements ont été conduits à des intervalles de temps spécifiques : 0, 300, 600, 900 et 1200 heures.



**Figure III-7. Accélérateur de vieillissement « Qlab ».**

Chaque cycle de vieillissement impliquait d'exposer les échantillons à 8 heures d'irradiation UV sèche, soigneusement contrôlée à un niveau d'irradiance de 0.89 W/m<sup>2</sup> et une température constante de 60°C, suivies de 4 heures de condensation à 50°C (**Figure III-8**).



**Figure III-8.** Cycle de vieillissement accéléré.

### III.2.3 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

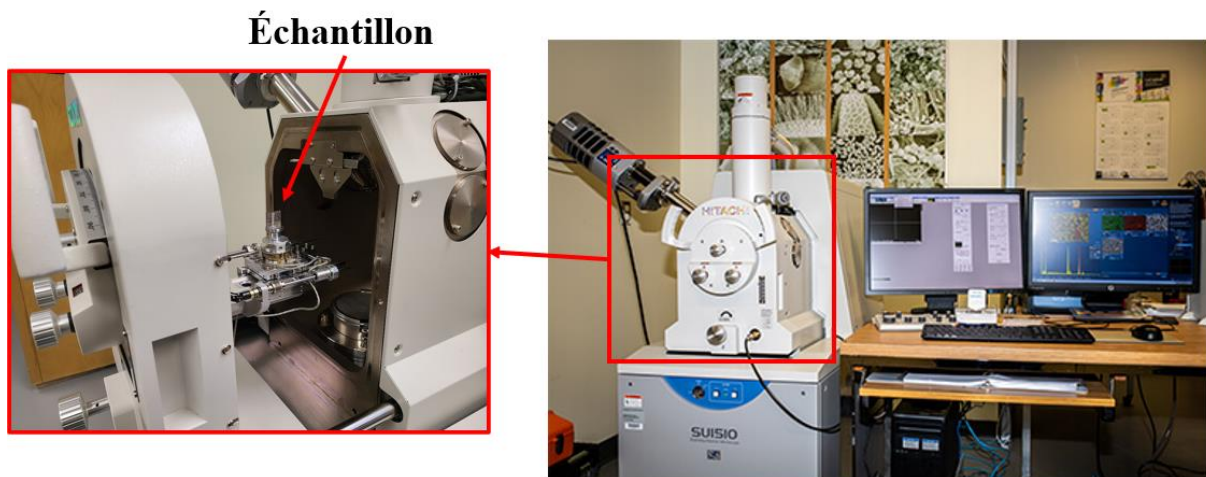
La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) joue un rôle crucial dans l'analyse de la composition chimique des matériaux composites, ainsi que dans la détection des modifications structurales dues à des processus tels que le vieillissement, le traitement, ou l'exposition à différents environnements. Cette technique fournit des informations précieuses sur les interactions moléculaires et les liaisons entre la matrice époxy et les fibres de lin, ce qui est essentiel pour comprendre et optimiser les performances et la durabilité du matériau composite. Dans cette étude, une analyse spectroscopique a été réalisée en utilisant un spectromètre FTIR Nicolet™ iS™ 10 (**Figure III-9**). L'expérience consiste à mesurer la transmission de la lumière infrarouge à travers les échantillons pour examiner l'évolution de leurs propriétés chimiques et microstructurales avec le vieillissement.



**Figure III-9. FTIR Nicolet™ iS™.**

### **III.2.4 Microscopie à balayage électronique MEB**

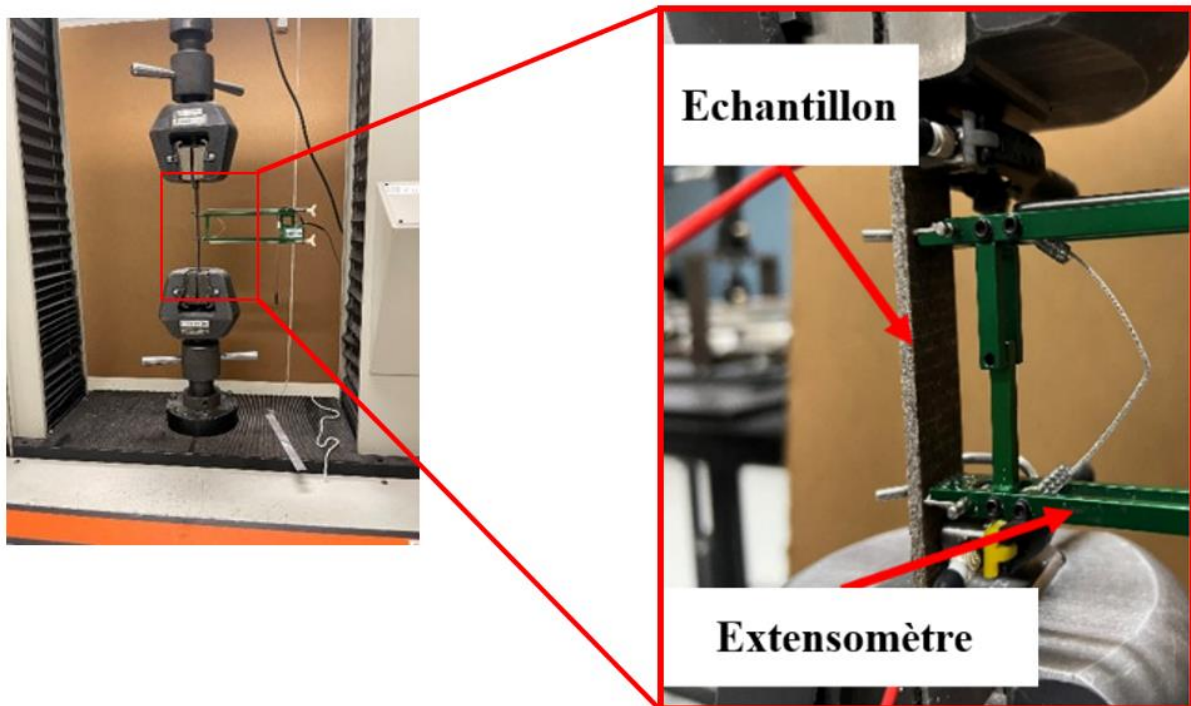
Pour une analyse détaillée de l'état de surface des échantillons composites soumis à un vieillissement accéléré, la microscopie électronique à balayage (MEB) a été mise à contribution. L'appareil utilisé pour cette tâche était un MEB de type VP-SEM Hitachi SU1510 (Voir **Figure III-10**). Grâce à cette technique, il a été possible de révéler les caractéristiques morphologiques des surfaces post-exposition et offre ainsi un aperçu approfondi des différents phénomènes observés sur les faces de rupture durant les tests de traction.



**Figure III-10. Microscopie électronique à balayage (MEB) (Hitachi SU1510).**

### III.2.5 Essais de traction

Les essais de traction sur les composites lin/époxy ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai électromécanique Instron (modèle LM-U150), équipée d'une cellule de charge de 10 kN et à une vitesse de traction de 5 mm/min. La déformation en traction a été mesurée à l'aide d'un extensomètre avec une longueur initiale de  $L_0 = 50$  mm (voir **Figure III-11**). Les essais ont été réalisés conformément à la norme ASTM D3039 [101]. Afin de maintenir la cohérence et d'assurer la fiabilité des résultats, chaque ensemble de conditions expérimentales a été évalué en testant trois échantillons distincts afin d'avoir une moyenne et un écart type. Cette approche rigoureuse garantit une évaluation précise et reproductible des performances mécaniques des composites étudiés.



**Figure III-11. Montage du test de traction 'Instron LM-U150'.**

### III.2.6 Étude de l'impact à basse vitesse : Cas des échantillons vieilliss

Pour évaluer les propriétés mécaniques des composites lin/époxy avant et après vieillissement sous chargement d'impact, nous avons réalisé des essais d'impact à basse vitesse à l'aide d'une machine d'impact Instron 9350 (voir **Figure III-3**). Une énergie d'impact de 3 J a été sélectionnée sur la base de travaux antérieures, ou nous avons identifié cette valeur comme

représentant 20 % du seuil de perforation pour les trois configurations [98]. Les données de charge d'impact ont été acquises à l'aide d'un système d'acquisition de données (CEAST DAS 64K) connecté à la cellule de charge de 22 kN. La configuration expérimentale a suivi les directives de la norme ASTM D5628-18 [102], en utilisant un impacteur hémisphérique de 12,7 mm de diamètre comme l'indique la norme concernant les échantillons de dimension de 51×51 mm<sup>2</sup>. La machine ajuste automatiquement la hauteur de chute lors des essais pour maintenir une masse constante tout en augmentant l'énergie d'impact. La configuration expérimentale est illustrée dans la **Figure III-3** de ce chapitre.

### **III.3 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons détaillé la procédure expérimentale mise en œuvre pour étudier le comportement mécanique du composites lin/époxy, divisée en deux parties essentielles.

La première partie s'est concentrée sur l'étude de l'effet de la porosité sur le comportement mécanique des composites lin/époxy, en particulier sous l'impact et la flexion après impact.

La seconde partie de l'étude a impliqué l'utilisation d'une machine de vieillissement accéléré pour simuler les effets du temps de vieillissement sur les composites lin/époxy sur les propriétés mécaniques. Cette démarche nous permet d'explorer le comportement mécanique des échantillons lin/époxy, tant en traction qu'en impact, avant et après le vieillissement dans l'objectif est de déterminer les modifications des propriétés mécaniques résultant du vieillissement, afin de mieux appréhender la durabilité de ces matériaux dans des conditions d'utilisation prolongées. La méthodologie du travail est résumée dans la **Figure III.12**

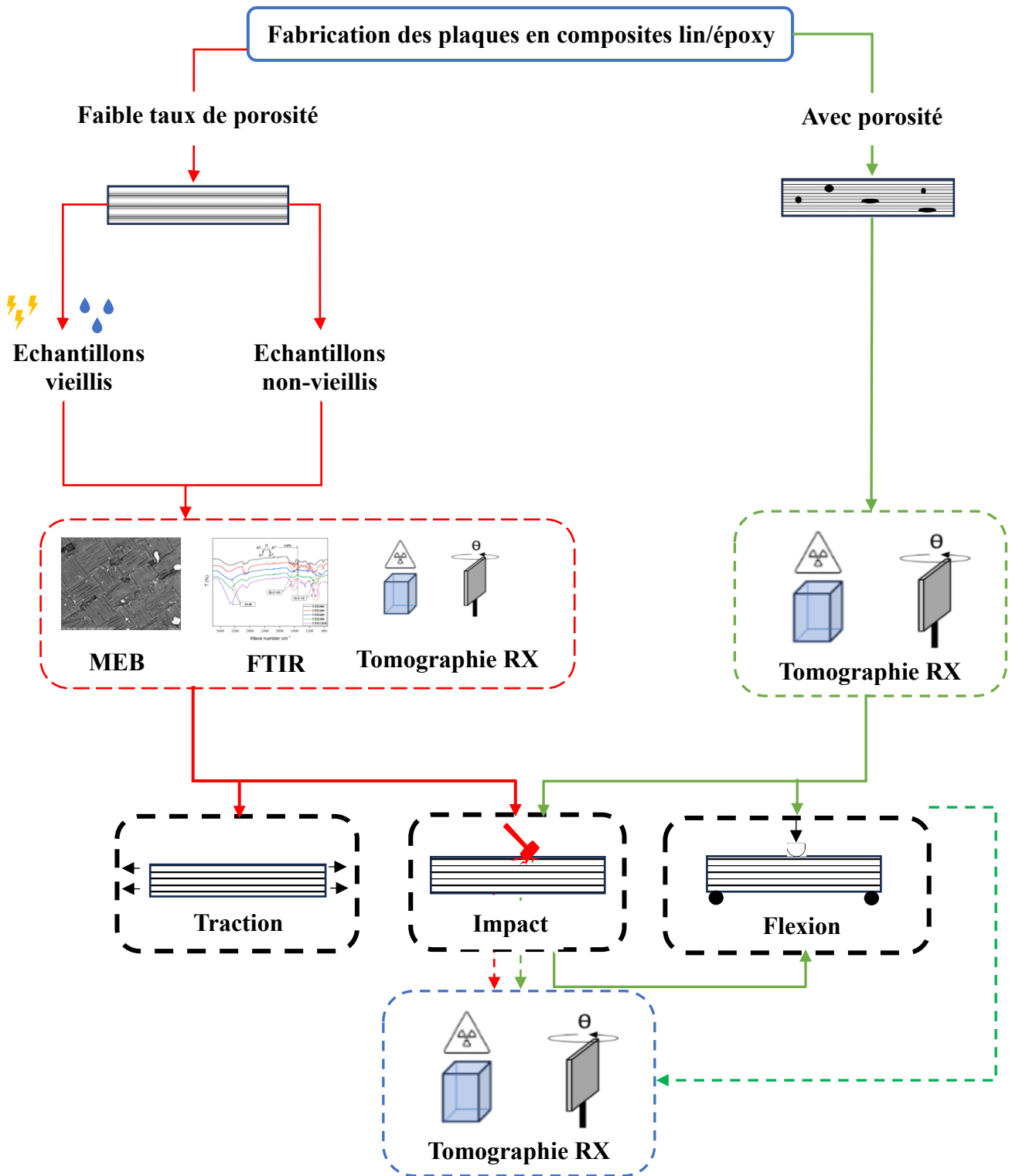


Figure III-12. Structure du travail expérimental

## **Chapitre IV.**

# **Effet de la porosité sur le comportement mécanique du lin/époxy**

## Chapitre IV. Effet de la porosité sur le comportement mécanique du lin/époxy

Ce chapitre présente une exploration approfondie des propriétés des composites à base de lin et de résine époxy, axée principalement sur l'effet de la porosité sur le comportement en impact et en post-impact (Cas de la flexion après impact). Une série d'essai d'impact impliquant divers niveaux d'énergie est mise en œuvre, suivis de flexion avant et après impact.

### IV.1 Calcul du taux de porosité

Le calcul du taux de porosité a été répété sur trois sections pour chaque échantillon et sur trois échantillons pour chaque configuration d'empilement. La valeur moyenne du ratio de vide a été établie en calculant la moyenne des pourcentages obtenus à travers ces trois coupes. Les résultats ont révélé une présence moyenne de vide de 25%, comme le montre le tableau IV-1.

Tableau IV-1. Calcul du taux de porosité.

Échantillons	CFE	QFE	AFE	Moyenne totale (%)
1	25.94	26.89	26.55	
2	25.36	26.12	24.01	
3	24.22	24.32	23.56	
Moyenne	25.17	25.78	24.71	25.21
Écart type	0.71	1.08	1.32	

### IV.2 Test d'impact à basse vitesse

Les échantillons de lin/époxy ont été soumis à diverses énergies d'impact, allant de 2,7 J à 25 J, afin d'évaluer la résistance à l'impact des trois différentes séquences d'empilement (CFE, QFE, et AFE) présentant un taux de porosité élevé. Au cours des tests, la masse reste constante tandis que la machine calcule automatiquement la hauteur désirée pour fournir l'énergie d'impact désirée. Les courbes charge-déplacement correspondantes sont exposées dans les **Figures IV-**



**1 et IV- 2** pour les conditions énergétiques (2,7 J, 10 J) et (15 J, 25 J), respectivement. De 2,7 J à 10 J de d'énergie d'impact, toutes les courbes ont montré une boucle fermée indépendamment des configurations d'empilement.

Pour les courbes de charge-déplacement, toutes les configurations ont montré le même comportement soit une augmentation linéaire constante, indiquant leur comportement élastique au début du chargement. Cette tendance persiste jusqu'à l'apparition de la chute initiale, qui marque le point d'initiation d'endommagement ou de fissuration. Une disparité significative dans la force de chargement maximale est évidente entre les différentes configurations d'empilement. La configuration AFE s'est démontré par la charge d'impact la plus élevée, suivie de la configuration CFE et QFE respectivement (**voir Figure IV- 1**).

À une énergie d'impact de 15 J (**voir Figure IV- 2**), une forme de courbe distincte avec quatre phases différentes est notée. Les deux premières phases sont similaires aux niveaux d'énergie précédents, bien que la phase de déchargement soit divisée en deux sections. La première section est distinguée par une diminution graduelle de la force d'impact avec l'augmentation du déplacement, tandis que la seconde est caractérisée par un retour visco-élastique du laminé. Malgré le fait que les échantillons ne soient pas complètement perforés, des dommages significatifs sont infligés aux surfaces impactées et arrière.

Tous les échantillons sont perforés à une énergie de 25 J (**Figure IV- 2**). Les résultats des tests d'impact à faible vitesse ont été comparés à des études précédentes menées sur le comportement à l'impact des matériaux lin/époxy [**11, 73, 98, 104**]. Les différences dans la force maximale peuvent être attribuées à divers modes de rupture, incluant la fissuration de la matrice, le délaminage, la rupture des fibres et l'arrachement des fibres.

La configuration AFE [ $\pm 45^\circ$ ] a tendance à résister à des énergies d'impact plus élevées, comme rapporté dans la littérature sur les stratifiés composites à fibres synthétiques [**105- 106**]. De plus, elle permet une distribution plus efficace des forces d'impact à travers le matériau et réduit la propagation des fissures, améliorant la résilience globale du composite à l'impact. Suite à cette analyse, il a été observé que la présence de vides n'avait pas d'impact significatif sur la charge expérimentée pendant l'impact, s'alignant bien avec les conclusions rapportées par Da Cunha et al. [**107**]. Ceci implique que la présence de vides n'affecte pas de manière notable la performance du composite lorsqu'il est soumis à un impact à faible vitesse.

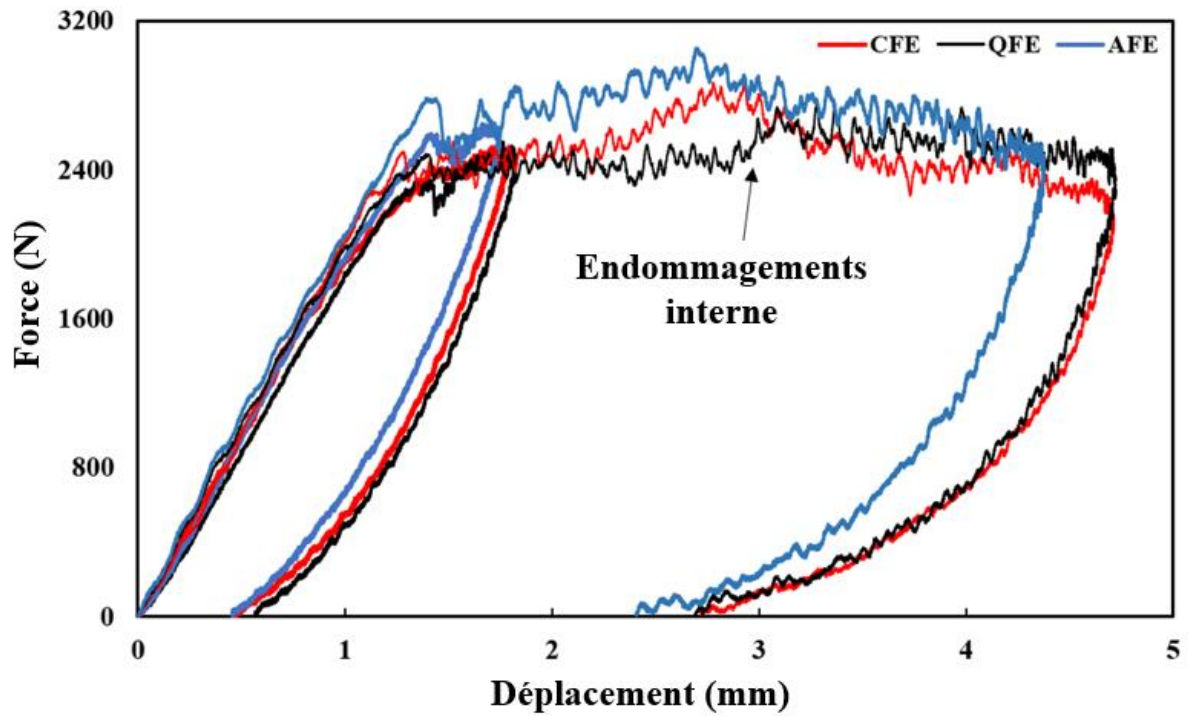


Figure IV-1. Comparaison des courbes force-déplacement pour les différentes séquences d'empilements à des énergies d'impact de 2,7 J et 10 J.

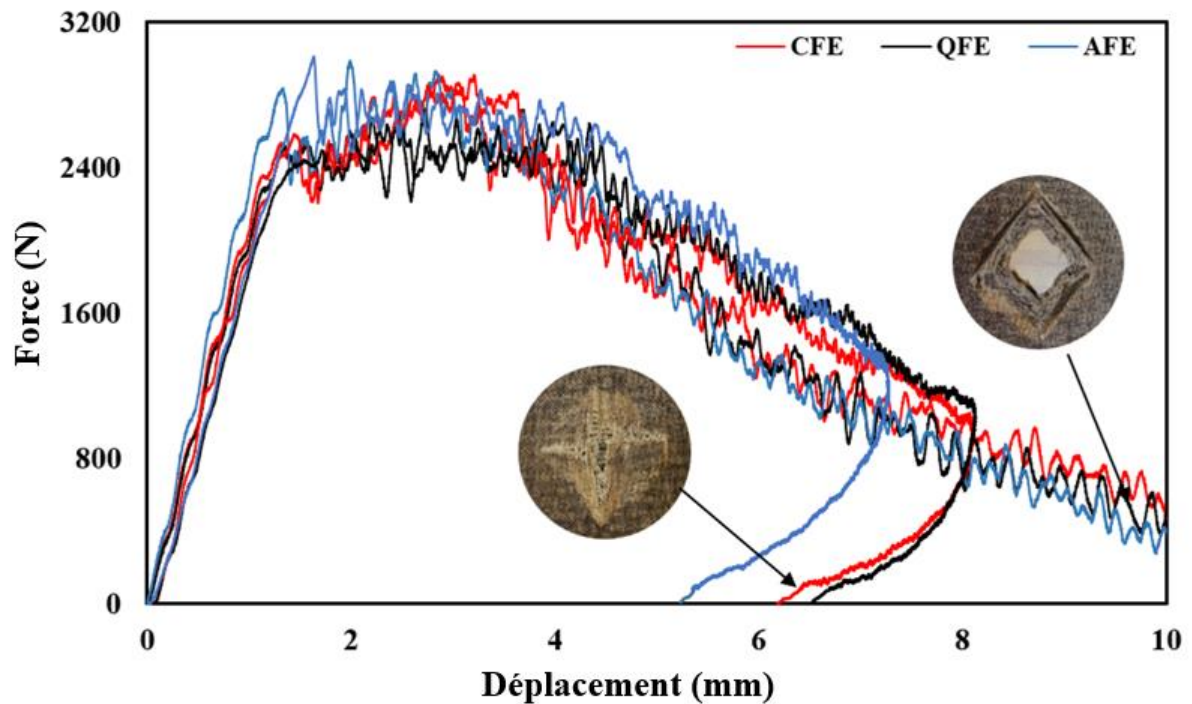


Figure IV-2. Comparaison des courbes force-déplacement pour les différentes séquences d'empilements à des énergies d'impact de 15 J et 25 J.

La Figure IV- 3 représente l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact pour les trois séquences d'empilements à différentes énergies d'impact.

L'énergie totale absorbée est déterminée en intégrant la courbe force-déplacement. Dans cette étude, la valeur de l'énergie absorbée est fournie par la machine d'essai. Cette énergie est nécessaire pour induire la création de nouvelles surfaces à l'intérieur du composite. Les processus primaires impliqués dans cette absorption d'énergie comprennent la rupture des fibres, la fissuration de la matrice, le délaminage et la déformation plastique.

Pour une énergie entre 2,7 J à 10 J, l'énergie absorbée atteint une valeur constante inférieure à l'énergie d'impact. Cela indique qu'il y'a eu un rebond de l'impacteur (pas de pénétration dans le laminé). Lorsque l'absorption d'énergie totale du matériau est égale ou supérieure à l'énergie d'impact, cela signifie que le matériau a absorbé toute l'énergie et est donc perforé.

Pour toutes les configurations, aux énergies plus faibles (2,7 J, 6 J et 10 J), l'énergie absorbée est de 42 à 44%, 74 à 76% et 86 à 92%, respectivement pour les trois séquences d'empilement. Cependant, à 15 J d'énergie d'impact, le seuil de perforation est atteint avec 93%, 97% et 98% d'énergie absorbée pour l'AFE, le CFE et le QFE, respectivement. À 25 J, tous les spécimens sont perforés. Ce niveau d'énergie d'impact final sert d'outil crucial pour discerner divers mécanismes de dommages, en raison de sa capacité à perforer tous les échantillons. La Figure IV-4 résume les données d'impact, y compris les charges maximales, les déplacements maximaux et les valeurs du rapport énergétique ( $E_{abs}/E_{tot}$ ) associées.

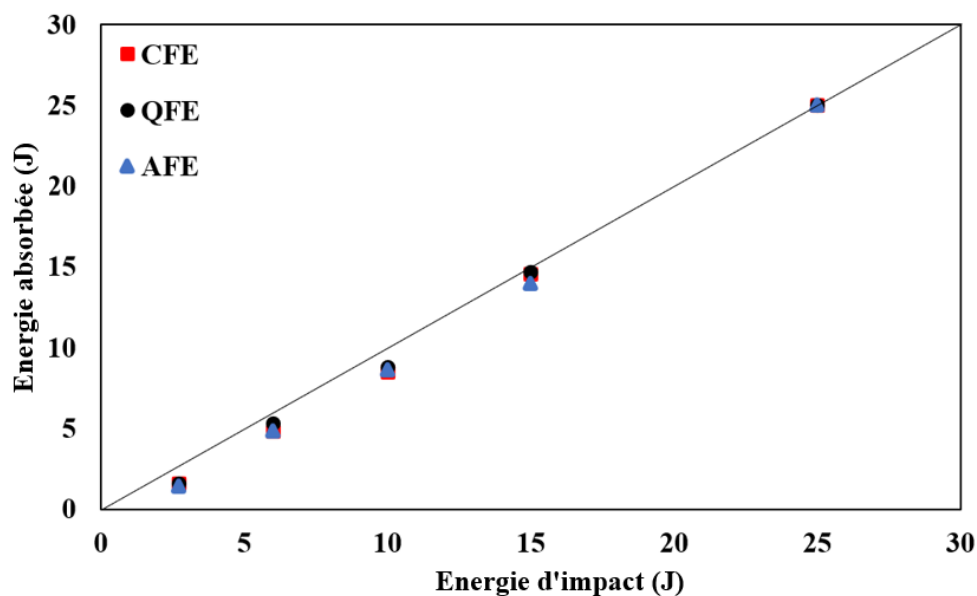


Figure IV-3. Energie absorbée en fonction de l'énergie d'impact.

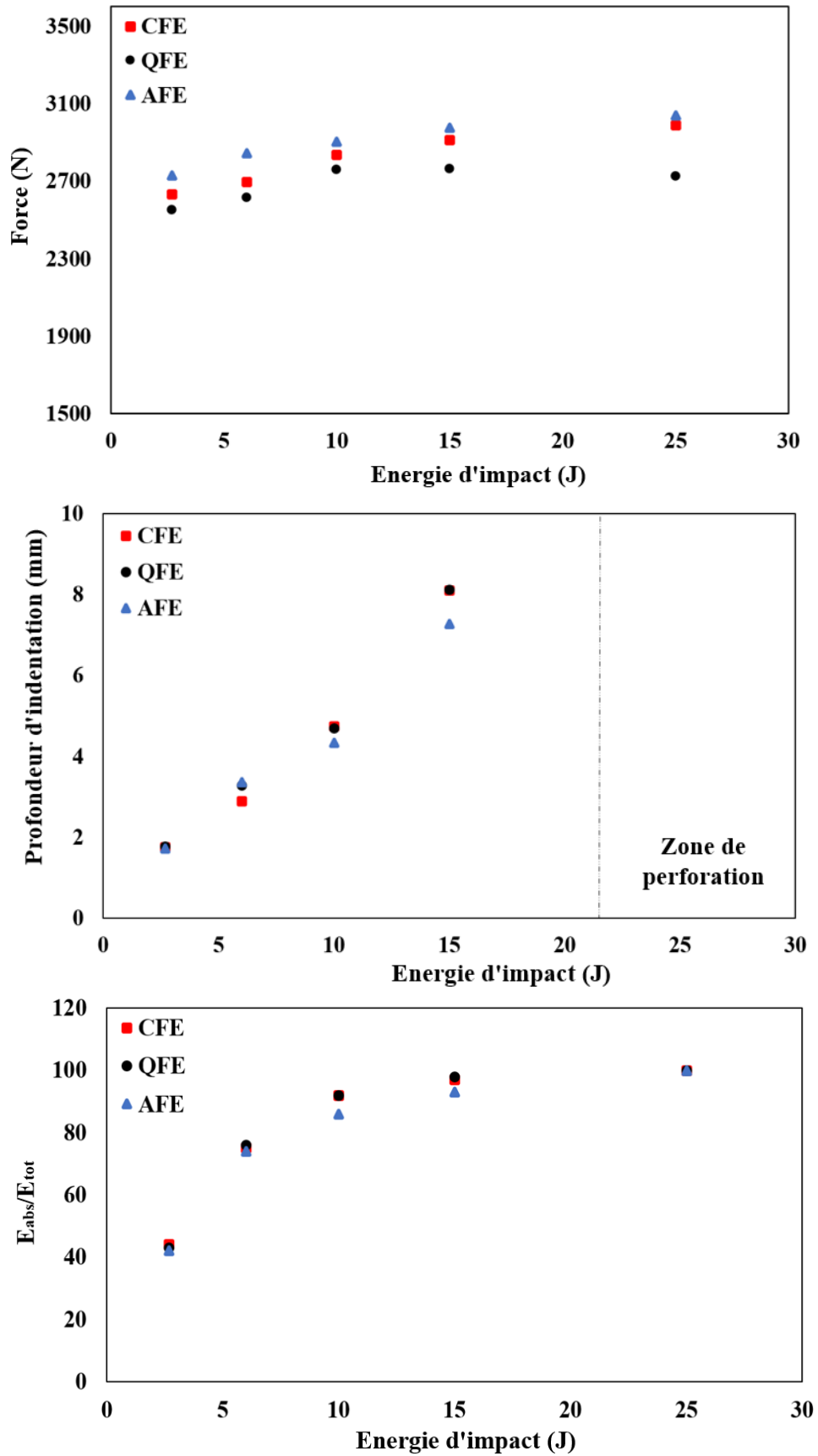


Figure IV-4. Résultats obtenus à partir des tests d'impact pour les séquences d'empilements CFE, QFE et AFE.

Une comparaison des pics de force entre notre étude actuelle et d'autres travaux de littérature est présentée dans le **Tableau IV- 2**. Malgré la présence de vides dans nos échantillons, nos pics de force mesurés sont largement équivalents à ceux rapportés dans des études antérieures, ce qui confère une dimension convaincante à notre recherche car l'impact de cette porosité sur le pic de force lors de l'impact (force maximale) semble être minimal.

**Tableau IV-2. Comparaison de la force maximale à 10 J d'énergie d'impact pour différentes configurations de composites lin/époxy : étude actuelle et Littérature.**

Étude	Dia, de l'impacteur	Matériau (Lin/époxy)	Nombre de plis	Force max. (N) à 10 J
<b>Présente étude</b>	16 mm	CFE	16	2835
		AFE		2904
		QFE		2758
<b>Hadj Djilani et al. [98]</b>	12.7 mm	AFE	16	2498
		UFE		2306
<b>Sy et al. [104]</b>	16 mm	CFE	16	2800
		UFE		2750
<b>Liang et al. [73]</b>	16 mm	QFE	8	892
<b>A. Cyunet. [11]</b>	14 mm	Tissu sergé 2/2	4	1090
			6	1950
			8	3000

### IV.3 Endommagements visuels

La **Figure IV-5** illustre les endommagements visuels induits par les essais d'impact sur les faces avant et arrière des trois configurations (CFE, QFE et AFE) à différentes énergies d'impact. À tous les niveaux d'énergie, le dommage sur la face impactée apparaît comme une zone d'indentation localisée, avec le diamètre et la profondeur évoluant en fonction de l'énergie

d'impact et ceci pour toutes les configurations. Cette observation est conforme aux motifs rapportés dans la littérature sur les impacts à faible vitesse sur les fibres naturelles [74 ,97, 108].

Sur la face arrière de l'échantillon, une fissure superficielle est à peine visible à 2,7 J et orientée dans la direction de la couche externe. Cependant, à 6 J et 10 J, une fissure en forme de croix est observée sur les configurations de stratifié CFE et AFE en raison de l'empilement en croisé, conduisant à la propagation d'une fissure secondaire perpendiculaire à la première. La configuration QFE montre des dommages en forme de triangle avec délaminage significative. La différence dans les dommages entre les trois configurations est due aux modes de rupture (fissuration de la matrice, délaminage, rupture des fibres et arrachement des fibres) qui diffèrent entre les configurations CFE, QFE et AFE.

		Energie d'impact				
		2.7 J	6 J	10 J	15 J	25 J
Avant	Arrière					
	Avant					
CFE [0/90] <sub>4s</sub>						
Avant	Arrière					
	Avant					
QFE [90/45/0/-45] <sub>2s</sub>						
Avant	Arrière					
	Avant					
AFE [±45] <sub>16</sub>						
<b>D = 40 mm</b>						

Figure IV-5. Endommagements visuels sur les faces avant et arrière des échantillons impactés à différents niveaux d'énergie.

#### IV.4 Endommagements internes – Tomographie à rayons X

La compréhension préalable des endommagements produits par l'impact dans les matériaux composites à fibres naturelles nous informe que lorsque le seuil d'énergie d'impact est dépassé, des fissurations de la matrice se forment à partir de contraintes de cisaillement et tensions engendrées par la flexion à proximité de la zone d'indentation, principalement dans les couches externes. La **Figure IV-6** montre l'analyse de tomographie à rayons X des échantillons impactés avec 2,7 J. Les résultats ont révélé que les dommages n'étaient pas significativement visibles pour les échantillons CFE et AFE. Cependant, la configuration QFE a présenté des dommages relativement plus visibles sous forme de délaminage, particulièrement sur la face arrière de l'échantillon impacté.

Pour étendre notre recherche, un niveau d'énergie d'impact supérieur (10 J) est étudié. La **Figure IV-7**, nous fournit les images de tomographie des échantillons impactés à cette énergie capturées dans les plans XZ et YZ. Ces images offrent des aperçus précieux sur les caractéristiques des dommages exhibés par différentes configurations, à savoir CFE, QFE et AFE. À ce niveau-là, il devient évident que les configurations CFE et QFE démontrent l'initiation de fissures verticales dans la coupe YZ, à côté de fissures longitudinales dans la coupe XZ. De plus, la configuration QFE montre un délaminage important sur sa surface extérieure (arrière).

En examinant les dommages s'étendant à travers l'épaisseur comme illustré dans la **Figure IV-7**, on voit de façon claire que la configuration CFE se caractérise par la présence d'une fissure en forme conique, accompagnée d'un délaminage observé entre les plis. D'autre part, la configuration QFE se distingue par une zone de délaminage nettement plus large sur sa face inférieure, ce qui est également marqué par des ruptures de fibres et de fissuration de la matrice dans une orientation transversale. Distinctement différente des configurations évoquées précédemment, la configuration AFE présente un délaminage significatif situé au plan de symétrie de l'échantillon, spécifiquement à l'interface [-45/-45]. Cette configuration AFE montre une capacité supérieure à limiter la progression des fissures internes, mettant ainsi en avant ses avantages potentiels pour renforcer l'intégrité structurelle du composite en situation d'impact. **(Voir Annexe 1)**



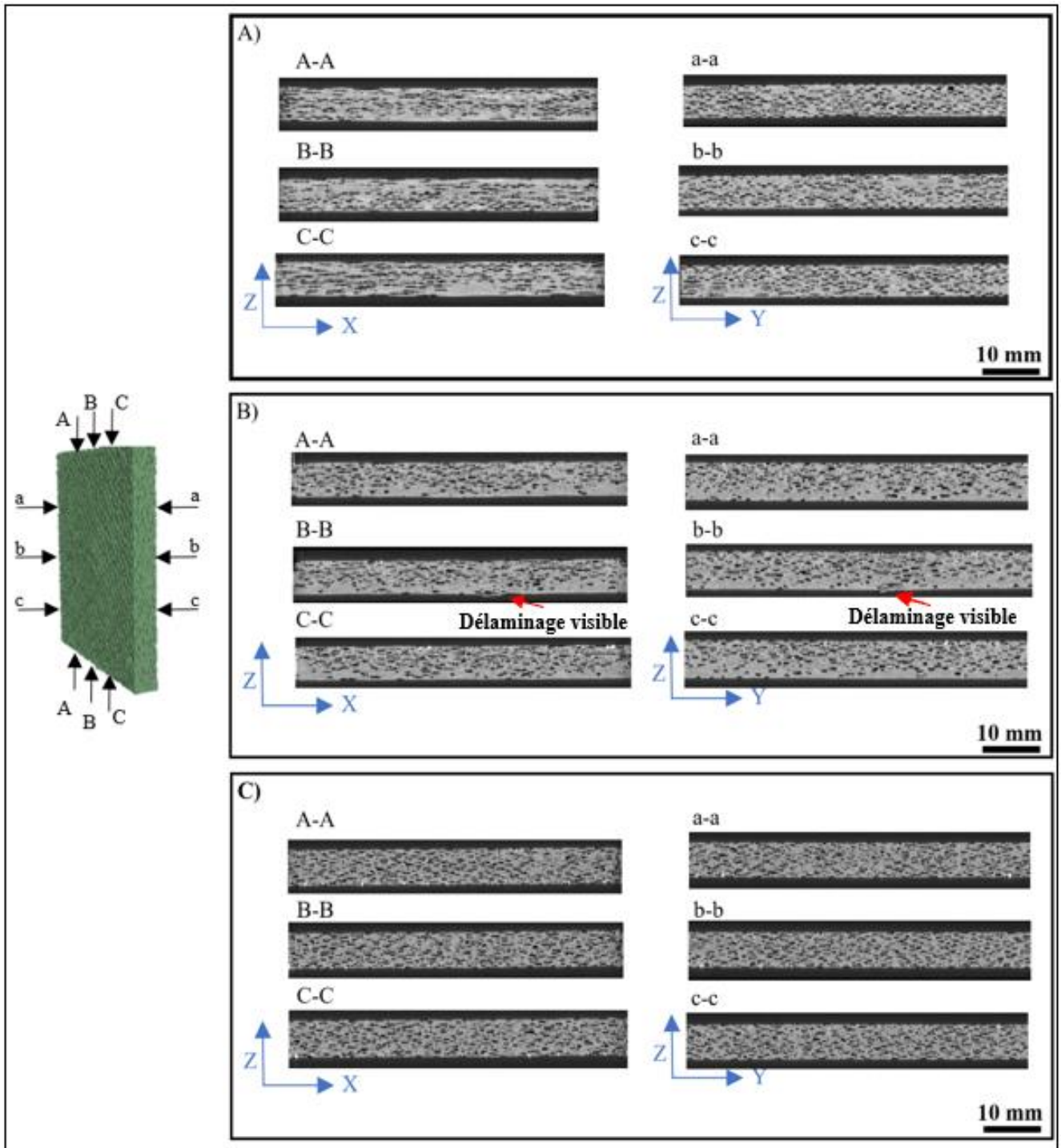


Figure IV-6. Analyse tomographique de l'endommagement interne à  $\text{Éimp} = 2.7 \text{ J}$ , avec A) CFE, B) QFE et C) AFE.

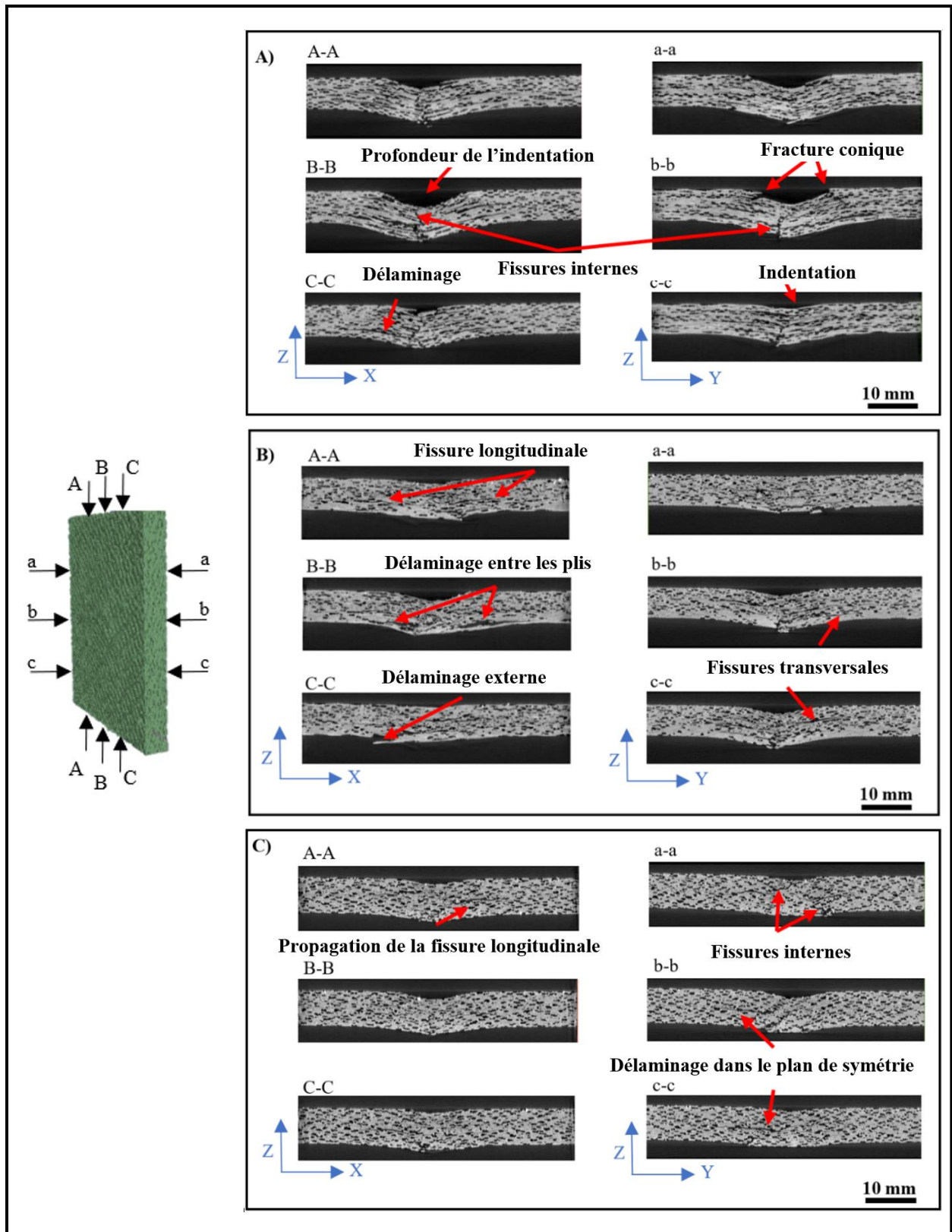


Figure IV-7. Analyse tomographique de l'endommagement interne à  $E_{imp} = 10 \text{ J}$ , avec A) CFE, B) QFE et C) AFE.

## IV.5 Classification de l'endommagement

La classification des dommages visuels présentée dans la **Figure IV-8** résume les dommages observés visuellement et à travers la micro-tomographie à rayons X, permettant de distinguer les différences entre les trois configurations. Visiblement, la configuration AFE présente moins de dommages à différents niveaux d'impact comparé aux autres configurations. Il est important de noter que, comparativement aux résultats de la littérature, la charge d'impact est en bonne corrélation, comme discuté précédemment.

Cependant, la principale différence réside dans l'analyse des dommages visuels, où la présence d'une porosité importante dans l'échantillon favorise l'extension de la fissure. En effet, lorsqu'une fissure se propage à travers un matériau, elle suit généralement un chemin spécifique. Si des vides sont présents dans le matériau, la fissure peut être influencée par ces espaces vides. Les vides peuvent agir comme des concentrateurs de contraintes, amenant la fissure à dévier de son chemin normal et à s'étendre davantage que dans un matériau avec un faible taux de porosité. Par conséquent, nous pouvons réaliser une analyse post-impact pour enquêter davantage sur les effets de la porosité sur la propagation de la fissure et pour mieux comprendre la réponse structurelle globale dans différentes configurations d'empilement.

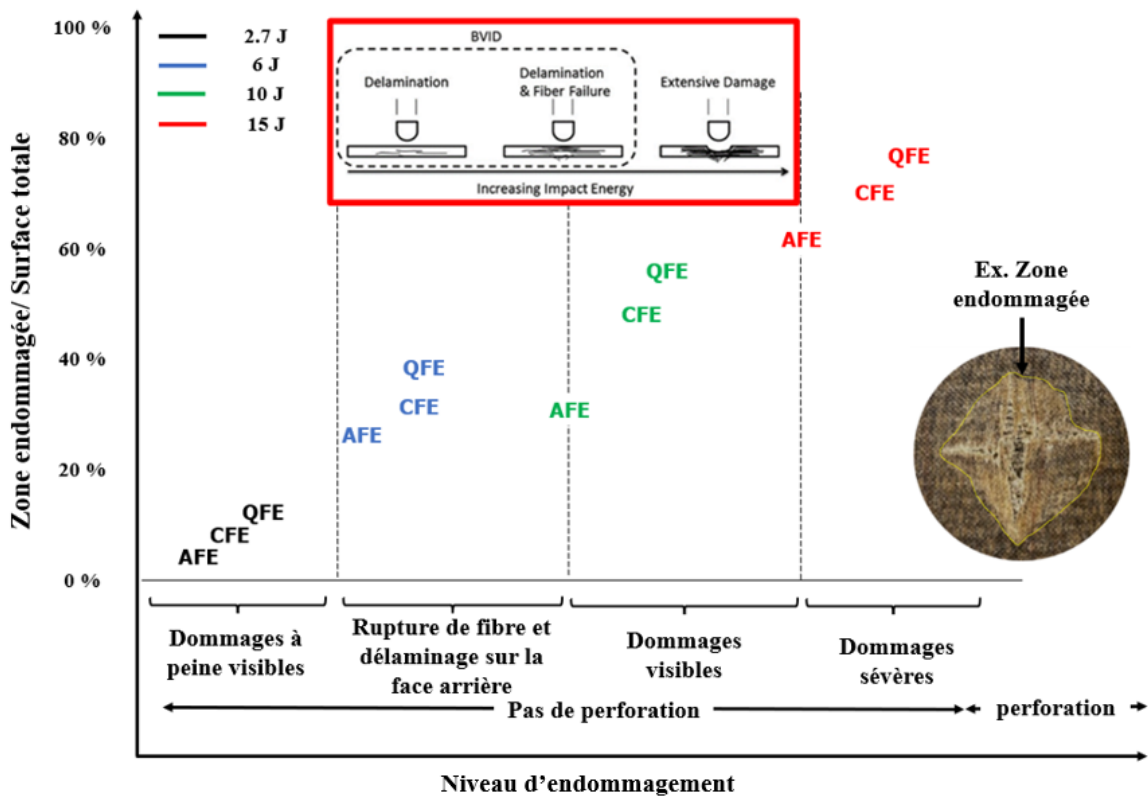


Figure IV-8. Classification de l'endommagement [109].

## IV.6 Tolérance aux dommages – flexion trois points : avant et après impact

### IV.6.1 Flexion avant impact

Le but ici est de caractériser le comportement des échantillons en flexion trois-points avant impact, mais également en post-impact pour pouvoir estimer son effet sur la rigidité et la résistance du matériau dans la présence d'un taux de porosité élevé.

À titre de comparaison entre les séquences d'empilements avant impact, la Figure IV-9 présente la force maximale et le déplacement pour les trois différentes configurations de plaques en lin/époxy avant l'impact. Les résultats montrent que la configuration de plaque CFE a exhibé la plus haute résistance à la flexion, avec une charge maximale de 1753 N et une déflexion de 11.27 mm. La configuration QFE a suivi de près avec une charge maximale de 1627 N et une déflexion de 11.32 mm. La configuration AFE a montré la résistance la plus faible, avec une charge maximale de 1527 N et une déflexion maximale de 4.51 mm. Pour les échantillons non impactés, la rupture se produit au centre de l'échantillon et se manifeste par une ligne centrale qui présente des motifs linéaires dans la configuration CFE et une forme d'escalier, comme dans le cas des configurations QFE et AFE. Ceci est dû au mode de fracture à l'interface entre les plis qui diffère de  $[0^\circ/45^\circ]$  à  $[0^\circ/90^\circ]$ . Le facteur principal contribuant à la réduction du déplacement à la rupture du stratifié AFE ( $[+45/-45]_8$ ) est attribué à l'orientation de ses plis par rapport à la direction du déplacement du mors. En contraste, les stratifiés à plis croisés comme les configurations  $[0/90]_{4s}$  et quasi-iso  $[90/45/0/-45]_{2s}$  ont des fibres alignées dans une direction perpendiculaire. Cet agencement offre une rigidité et une résistance équilibrées le long de cet axe. Ainsi, lorsqu'ils sont soumis à des charges de flexion, ces stratifiés peuvent supporter une résistance plus élevée et exhiber un plus grand déplacement avant la rupture. Spécifiquement, dans le stratifié  $[0/90]_{4s}$ , il y a au moins huit plis orientés perpendiculairement à la direction de la flexion. Cette orientation perpendiculaire est plus efficace pour résister aux forces de flexion, contribuant ainsi à la performance en flexion améliorée du stratifié par rapport à la configuration AFE, où les orientations des fibres sont moins optimales pour résister à de telles charges.

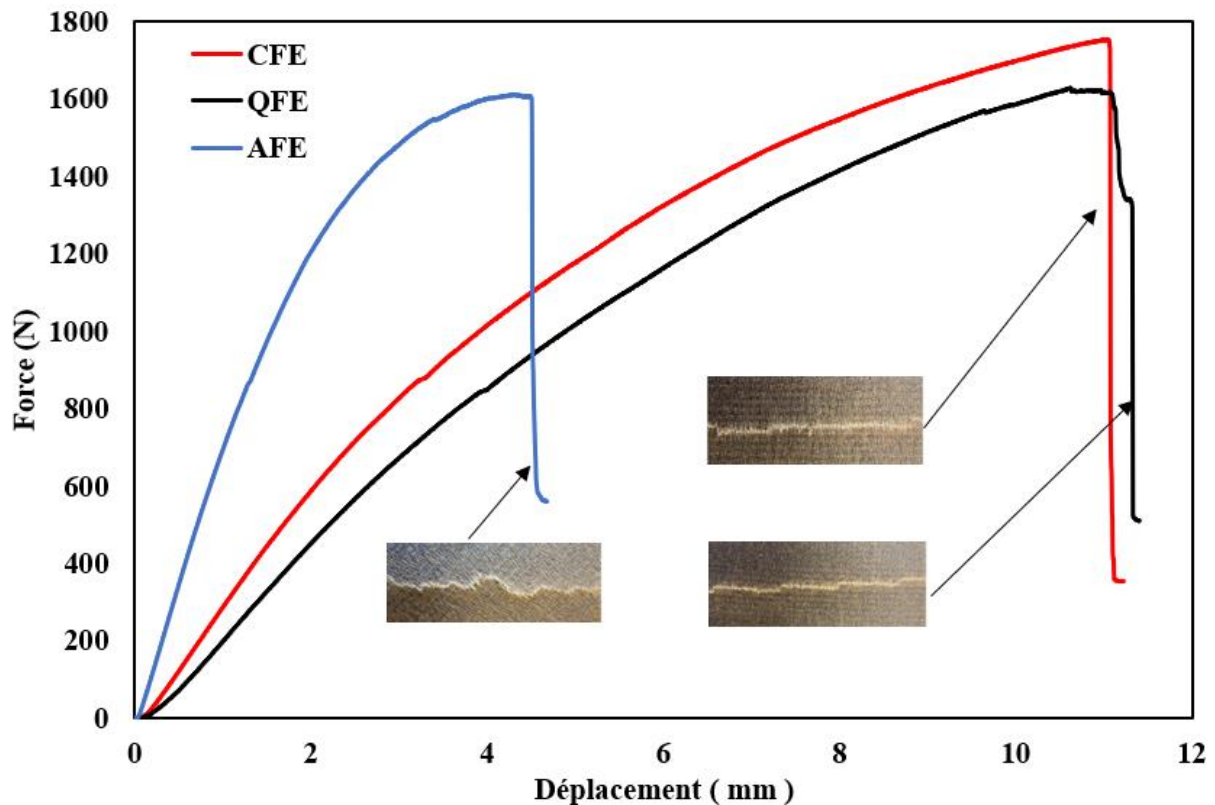


Figure IV-9. Comparaison du comportement en flexion des trois configurations d'empilements.

#### IV.6.2 Flexion après impact

Pour les échantillons impactés, deux niveaux d'énergie d'impact, 2,7 J et 10 J, ont été sélectionnés pour évaluer la résistance en flexion, afin d'avoir une dispersion des résultats allant d'une énergie d'impact minimale de 2,7 J, qui laisse une empreinte faible en termes d'endommagement visuel, allant à 10 J où les échantillons ont démontré une certaine défaillance visible mais pas suffisante pour perforer l'échantillon, ce qui reste à prendre en considération dans cette étude.

Les résultats post-impact pour chaque échantillon sont présentés dans la **Figure IV-10**. On peut remarquer que la rigidité en flexion des échantillons a été considérablement réduite par les dommages résiduels causés par l'impacteur. La force maximale a été réduite de 8 % et de 14 % dans la configuration CFE lorsqu'elle a été impactée par 2,7 J et 10 J, respectivement. En comparaison, les configurations QFE et AFE ont subi des réductions encore plus importantes de la force maximale, variant de 11 % à 27 % à 2,7 J et 10 J, respectivement. Cela est dû à la présence de dommages résiduels sous forme de fissures verticales et longitudinales, de fractures

coniques à travers l'épaisseur et de délaminage de la couche externe signalés à 10 J, entraînant une diminution de la rigidité en flexion.

Contrairement aux configurations CFE et QFE, l'AFE a montré moins de déplacement à la rupture. L'initiation des dommages est observée plus tôt dans les échantillons qui ont été impactés avec 2,7 J et 10 J, attribuée à une fissure existante au centre de l'échantillon. Les échantillons AFE affichent un niveau de dommage plus significatif, qui découle de la présence d'une fissure orientée à  $\pm 45^\circ$ . Pour les échantillons avec une orientation CFE et QFE, le dommage dû à la flexion commence typiquement au centre de la pièce et suit le cours de la fissure préexistante.

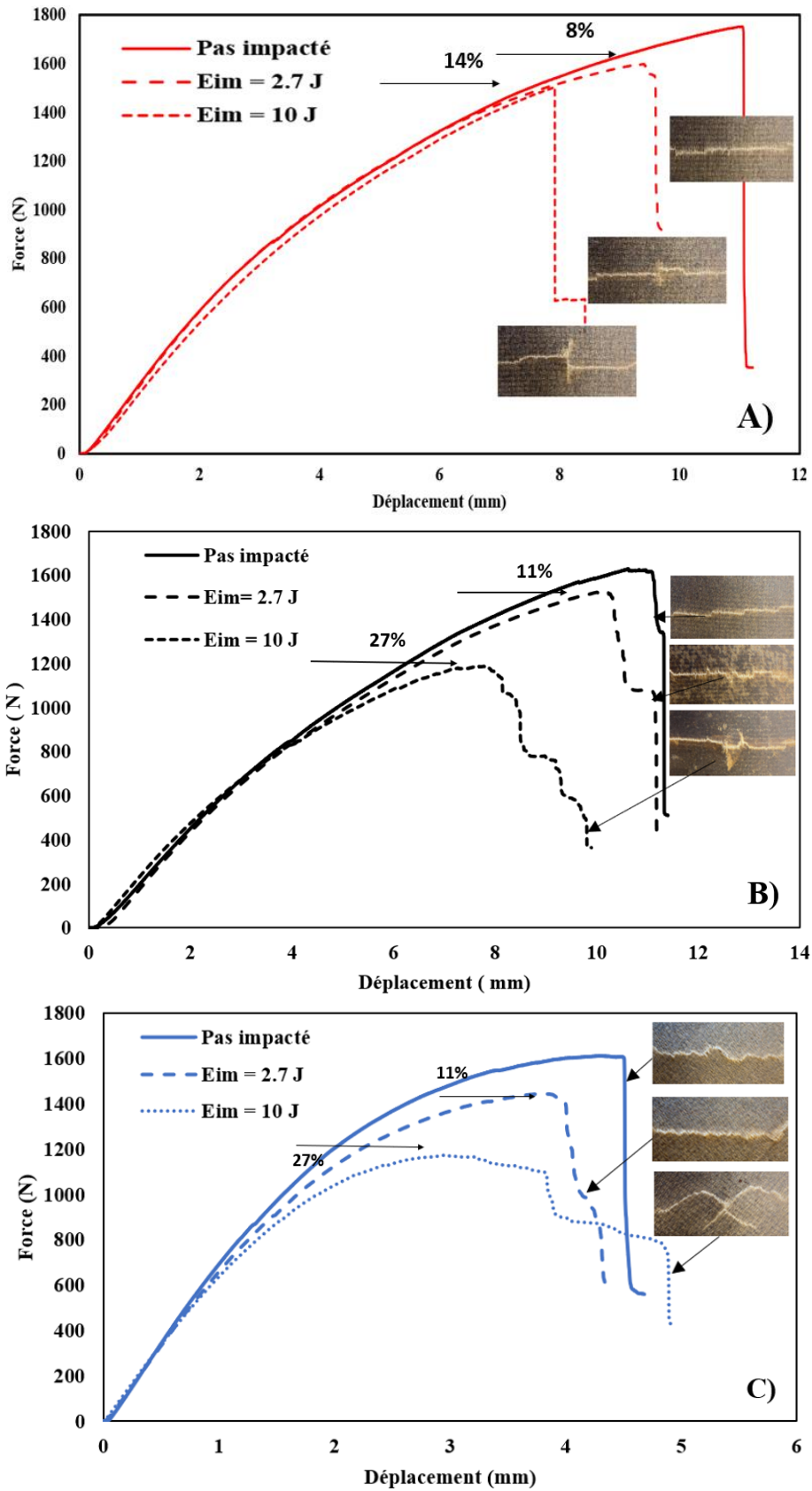


Figure IV-10. Comparaison du comportement en flexion avant et après impact avec, A) CFE, B) QFE, C) AFE.

## IV.7 Modélisation numérique de l'impact

Dans cette partie, un modèle par éléments finis a été développé dans ABAQUS/Explicit afin de simuler le comportement à l'impact d'un stratifié composite lin/époxy. Un impacteur hémisphérique d'un diamètre de 16 mm ainsi que la base du dispositif ont été modélisés comme des parties rigides (Voir **Figure VI-10**). Le mouvement de l'impacteur était régulé par le mouvement d'un unique point de référence, auquel les conditions aux limites de l'impacteur étaient définies. Tous les degrés de liberté du point de référence étaient limités, à l'exception de la translation dans la direction verticale. Le support de base était fixé dans toutes les directions, reproduisant les conditions de contrainte expérimentales. L'événement d'impact était simulé en attribuant une vitesse initiale à l'impacteur au moment du contact. Avec le modèle proposé, le matériau composite est composé de seize couches de lin/époxy, et de couches cohésives d'une épaisseur de 0,01 mm entre chaque pli. Chaque couche de lin/époxy était maillée avec un élément de coque continu (SC8R), qui est un élément de coque en continu quadrilatéral à 8 nœuds. L'épaisseur de chaque pli est de 0,26 mm. Les couches cohésives étaient maillées en utilisant le maillage COH3D8, qui est un élément cohésif tridimensionnel à 8 nœuds, et ont été encadrées dans les couches composites. Le maillage de l'impacteur dans la simulation joue un rôle crucial. Il permet une représentation précise du contact et de l'interaction entre l'impacteur et le stratifié composite, en outre, il autorise l'application de conditions aux limites appropriées et des propriétés matérielles. Le coefficient de friction entre l'impacteur et le stratifié n'a pas été déterminé expérimentalement. Par conséquent, une investigation complète a été menée au sein du modèle numérique, couvrant une large gamme de valeurs du coefficient de friction de 0,05 à 0,6. Le but était d'identifier la valeur du coefficient de friction la plus appropriée qui permettrait une réplique précise des résultats expérimentaux. Dans le contexte de cette étude spécifique, un coefficient de friction de 0,3 a été sélectionné. Même si le programme ne prend pas en considération le taux de porosité, le but principal de ce modèle numérique est la prédiction de la force d'impact maximale. La comparaison a été faite avec les échantillons qui contiennent une porosité à titre indicatif pour avoir une comparaison de l'ordre de force d'impact et en termes d'endommagement.



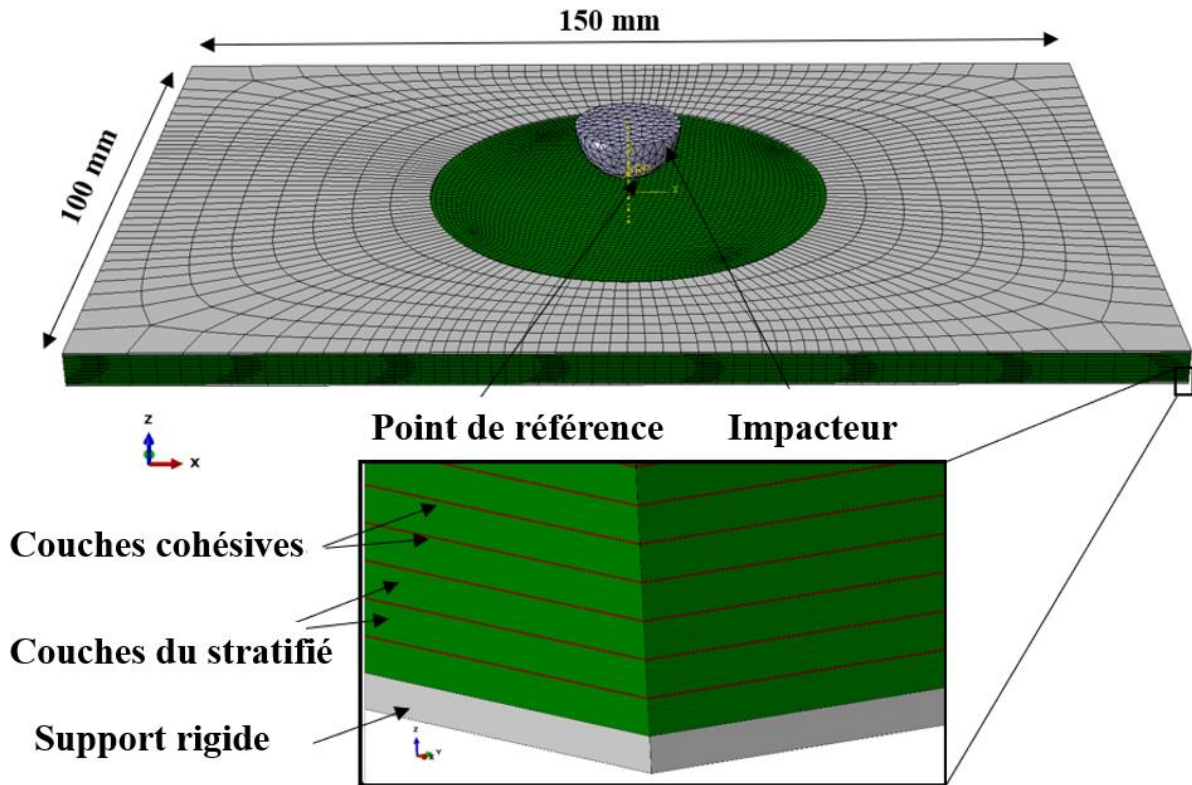


Figure IV-11. Géométrie et conditions aux limites du modèle numérique.

Le critère de dommage de Hashin a été utilisé afin de prédire le début et l'évolution des dommages. Ce critère prend en compte la rupture des fibres et de la matrice en tension et en compression, ainsi que la rupture en cisaillement de la fibre/matrice [110]. Les propriétés mécaniques de base, ainsi que les résistances à la traction et à la compression du composite lin/époxy dans les directions longitudinale, transversale et en cisaillement utilisées pour le modèle numérique, sont données dans le **Tableau VI-3**.

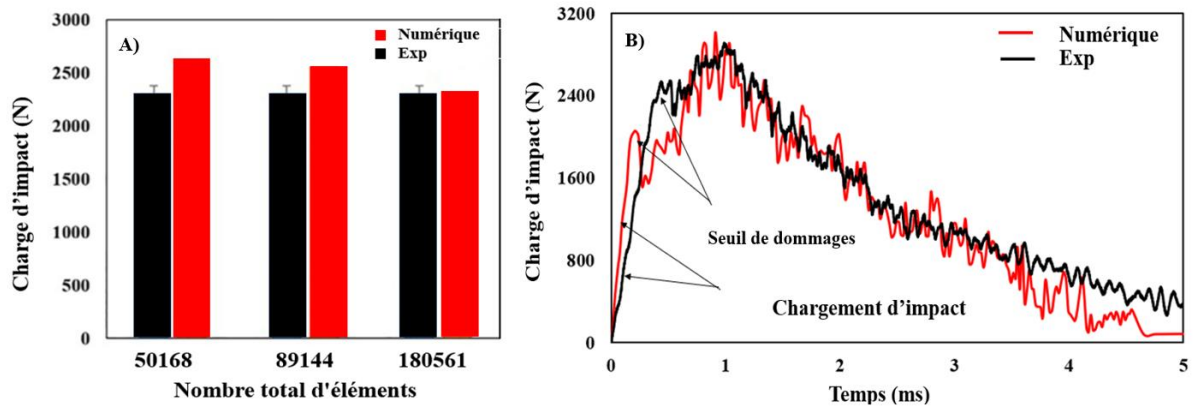
**Tableau IV-3. Propriétés mécaniques du lin/époxy pour la modélisation numérique [98, 111-112].**

Propriétés élastiques					
$E_{11}$ (GPa)	$E_{22} = E_{33}$ (GPa)	$G_{12}$ (GPa)	$G_{13} = G_{23}$ (GPa)	$\nu_{12}$	$\nu_{13} = \nu_{23}$
31.42	5.58	1.85	1.3	0.36	0.06
Critère d'endommagement (MPa)					
$X_T$	$X_C$	$Y_T$	$Y_C$	$S_L$	$S_T$
286.7	127.11	33.86	79.94	20.8	20.8
<b>Densité : 1500 Kg/m<sup>3</sup></b>					

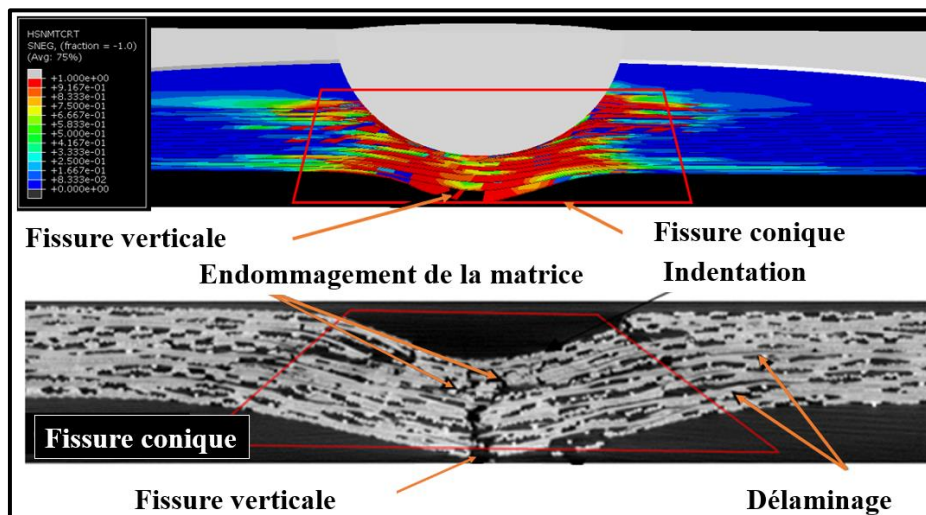
La loi constitutive régissant les éléments cohésifs est basée sur une relation traction-séparation qui corrèle la contrainte interfaciale avec la séparation locale. Les propriétés inter laminaire utilisées dans cette étude ont été obtenues à partir de recherches antérieures sur les composites lin/époxy [113-114]. La gamme de rigidité interfaciale a été spécifiquement choisie entre  $10^{12}$  et  $10^{15}$   $\text{Nm}^{-3}$ , tandis que les résistances normales et en cisaillement de l'interface sélectionnées ont été fixées à 50-75 % de la résistance de la résine. Les valeurs critiques de la ténacité à la rupture ( $G_{IC}$ ,  $G_{IIC}$ ) ont été déterminées à partir des résultats expérimentaux des tests DCB et ENF mentionnés dans la référence [113-114]. Pour simuler l'interaction entre l'impacteur et le stratifié, ainsi que le contact entre le stratifié et le support de base, la fonctionnalité de contact surface-à-surface disponible dans ABAQUS/Explicit a été employée. L'interaction tangentielle entre les surfaces en contact a été modélisée à l'aide du modèle de frottement de Coulomb, qui relie le cisaillement maximal de frottement admissible à travers une interface ( $\tau_{max}$ ) à la pression de contact normale entre les deux corps ( $P$ ) en utilisant l'équation  $\tau = \mu P$ .

Dans cette partie de l'étude, nous avons évalué le comportement à l'impact de la séquence d'empilement CFE à une énergie d'impact de 10 J afin de les comparer aux résultats expérimentaux. Pour déterminer la taille de maillage appropriée, une étude de convergence a été effectuée en utilisant trois nombres totaux différents d'éléments (50168, 89144 et 180561). En augmentant le nombre total d'éléments dans le maillage, des détails plus fins de la structure du stratifié et de l'événement d'impact peuvent être capturés plus efficacement.

La **Figure VI-12** présente une comparaison des résultats numériques et expérimentaux pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J, avec : A) Analyse de sensibilité du maillage et B) Comparaison des résultats numériques et expérimentaux. On observe clairement que la courbe force-déplacement montre une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et numériques en termes de chargement d'impact maximal. De plus la **Figure VI-13** permet une compréhension approfondie de la distribution des dommages internes et de leur relation avec la charge appliquée. Cette information est cruciale pour évaluer l'intégrité structurelle du matériau et optimiser sa conception, afin d'améliorer la résistance aux impacts et la durabilité. Enfin, la

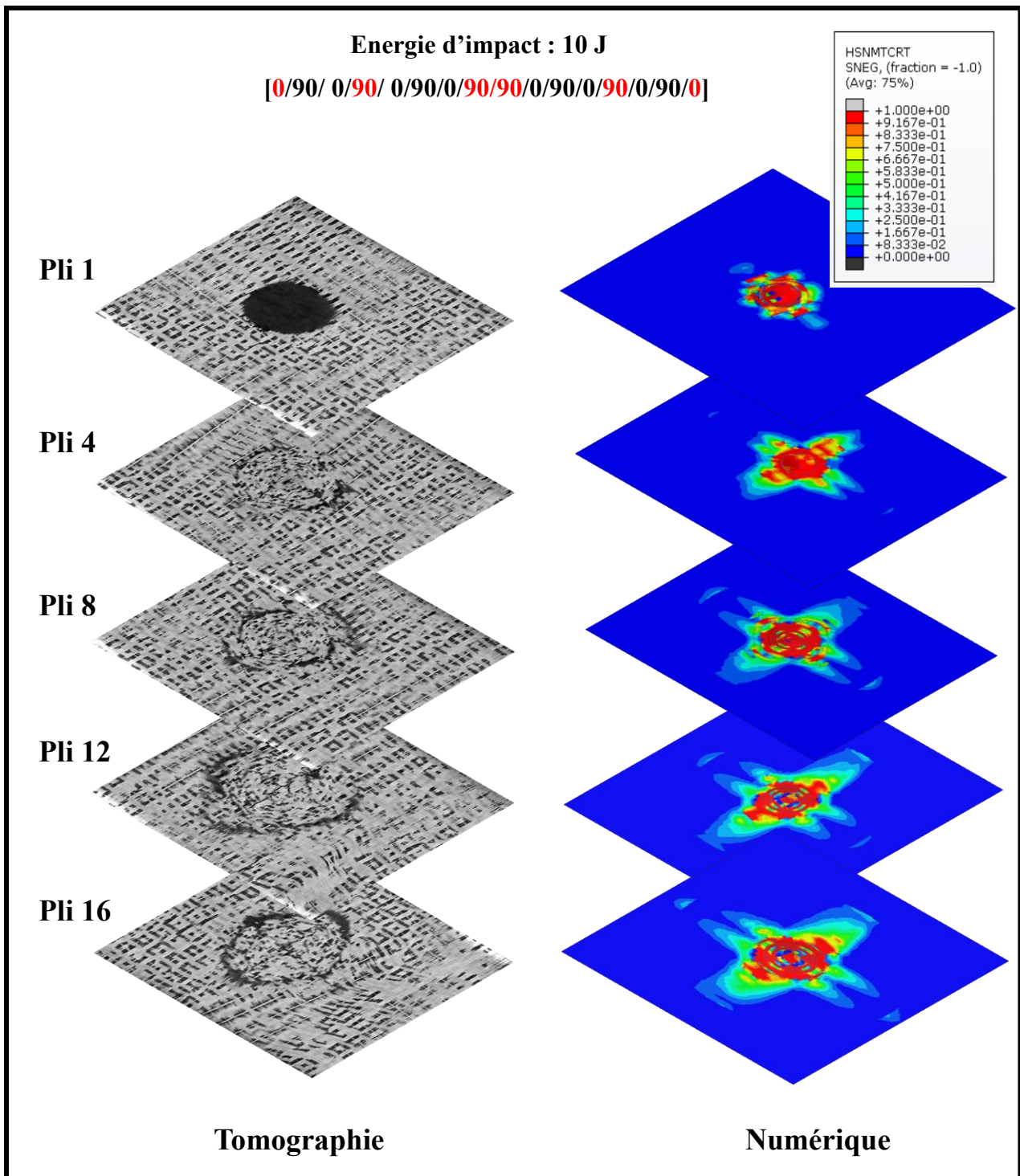


**Figure IV-12. Comparaison des résultats numériques et expérimentaux pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J, avec : A) Analyse de sensibilité du maillage et B) Comparaison des résultats numériques et expérimentaux.**



**Figure IV-13. Comparaison des résultats de tomographie et numériques pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J.**

**Figure VI-14** compare la cartographie de l'endommagement à différents plis à l'intérieur du matériau, en se basant sur une comparaison entre la tomographie et les résultats numériques. Il est clairement visible que l'endommagement montre une bonne corrélation, notamment en termes d'évolution des dommages. On remarque que, plus on se rapproche des plis inférieurs, l'endommagement devient plus sévère, se traduisant par des délaminages aux plis inférieurs de la face impactée [123] (Voir Annexe.2). Pour approfondir nos résultats, d'autres séquences d'empilement sont présentées dans l'Annexe.3.



**Figure IV-14. Comparaison des cartographies de l'endommagement interne de tomographie et numériques pour la configuration CFE à une énergie d'impact de 10 J.**

## IV.8 Conclusion

Cette partie de l'étude a permis en premier lieu de mettre en lumière l'impact de la porosité sur la performance des composites lin/époxy sous différentes énergies d'impact. Les résultats de flexion après impact démontrent une réduction notable de la rigidité et de la résistance en flexion, soulignant l'importance de considérer la porosité dans la conception des matériaux composites pour applications structurales. En dépit des défis posés par la présence de vides, les configurations étudiées offrent des précieuses informations pour l'optimisation de la résilience des composites face aux sollicitations dynamiques. Cette exploration contribue ainsi à enrichir la base de connaissances nécessaires à l'amélioration de la tolérance aux dommages des composites à fibre de lin/époxy, ouvrant la voie à de futures recherches ciblant une meilleure compréhension des mécanismes d'endommagement et de renforcement.

Un modèle numérique de base est présenté dans cette partie afin d'établir une comparaison entre la force maximale expérimentale et numérique. Indépendamment de la présence de porosité, qui n'affecte pas la force maximale, le modèle numérique corrèle bien les résultats en termes de force maximale et de cartographie d'endommagement lors de la comparaison avec la tomographie.

## **Chapitre V.**

# **Effet du vieillissement accéléré sur le comportement mécanique du lin/époxy**

## Chapitre V. Effet du vieillissement accéléré sur le comportement mécanique du lin/époxy

Ce chapitre présente le second volet de notre investigation, consacré à l'analyse de l'impact du vieillissement accéléré, induit par une exposition aux ultraviolets et à l'humidité, sur les propriétés mécaniques des composites lin/époxy sous sollicitations de traction et d'impact. Cette section intègre une approche non destructive d'évaluation, comprenant l'examen des modifications visuelles ainsi que des analyses approfondies via la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et la Spectroscopie Infrarouge par Transformée de Fourier (FTIR), réalisées avant et après le processus de vieillissement. En complément, la caractérisation mécanique est effectuée au travers d'essais de traction et d'impact, permettant de déceler et de qualifier l'endommagement interne des matériaux, lequel est précisément caractérisé à l'aide de la tomographie à rayons X.

### V.1 Calcule du taux de porosité

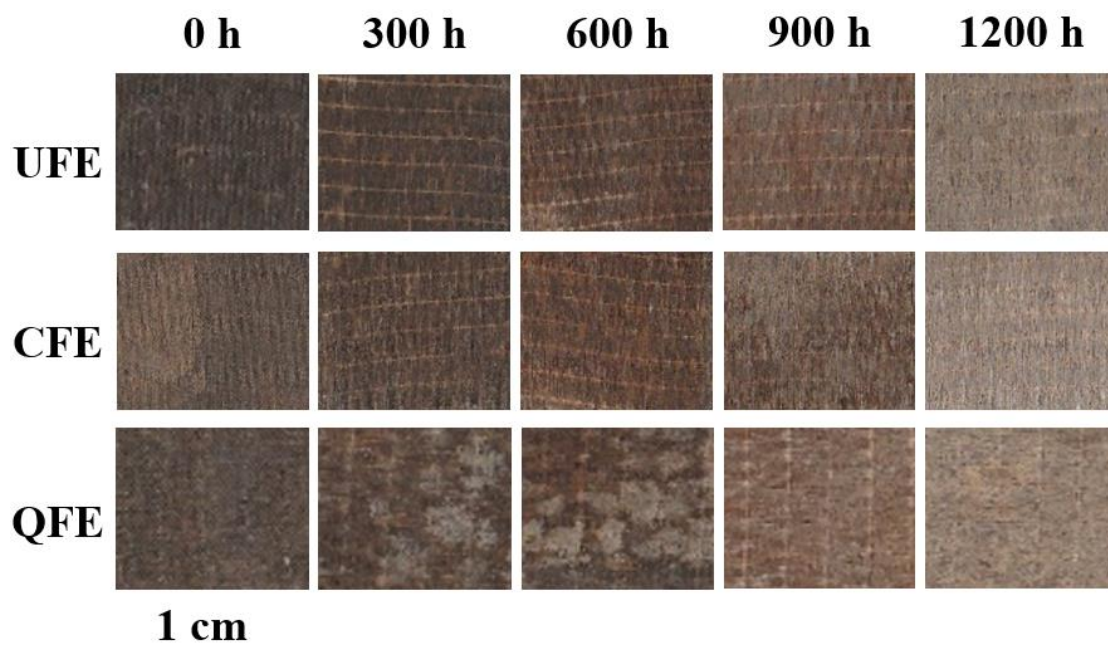
Le taux de porosité a été déterminé de la même manière que dans la section précédente (**Chapitre IV, section IV.1**). La valeur moyenne du ratio de vide a été obtenue en calculant la moyenne des pourcentages mesurés sur trois coupes pour trois différents échantillons pour chaque configuration CFE, QFE et UFE. Les résultats ont révélé une porosité moyenne de 2,37 %, comme indiqué dans le tableau V-1.

**Tableau V-1. Calcule du taux de porosité**

Échantillons	CFE	QFE	UFE	Moyenne totale (%)
1	1.75	2.20	1.12	
2	2.9	3.45	2.73	
3	2.46	2.56	2.20	
Moyenne	2.37	2.75	2.01	<b>2.37</b>
Écart type	0.47	0.52	0.66	

## V.2 Aspet visuel du vieillissement

La **Figure V-1** illustre l'évolution de la couleur des échantillons composites de lin/époxy au fil du temps, spécifiquement après 0, 300, 600, 900, et 1200 heures d'exposition. Ce changement, particulièrement notable à 900 et 1200 heures, se caractérise par un jaunissement des surfaces des échantillons, signifiant des altérations dans leurs propriétés physiques et chimiques. Cette décoloration est probablement attribuée à la photodégradation de la matrice époxy et des fibres de lin [115]. Le processus de photodégradation conduit à la rupture des liaisons chimiques sous l'effet des radiations UV, entraînant une modification de la structure moléculaire et, par conséquent, des propriétés mécaniques et esthétiques du composite. Yan et al. [116] ont suggéré que le changement de couleur pourrait être dû à l'érosion de la matrice polymère, à la formation de vides, et à la photo-oxydation se produisant tout au long des cycles d'exposition. Ces phénomènes contribuent non seulement à la dégradation esthétique mais peuvent également réduire la durabilité et la résistance mécanique des composites.



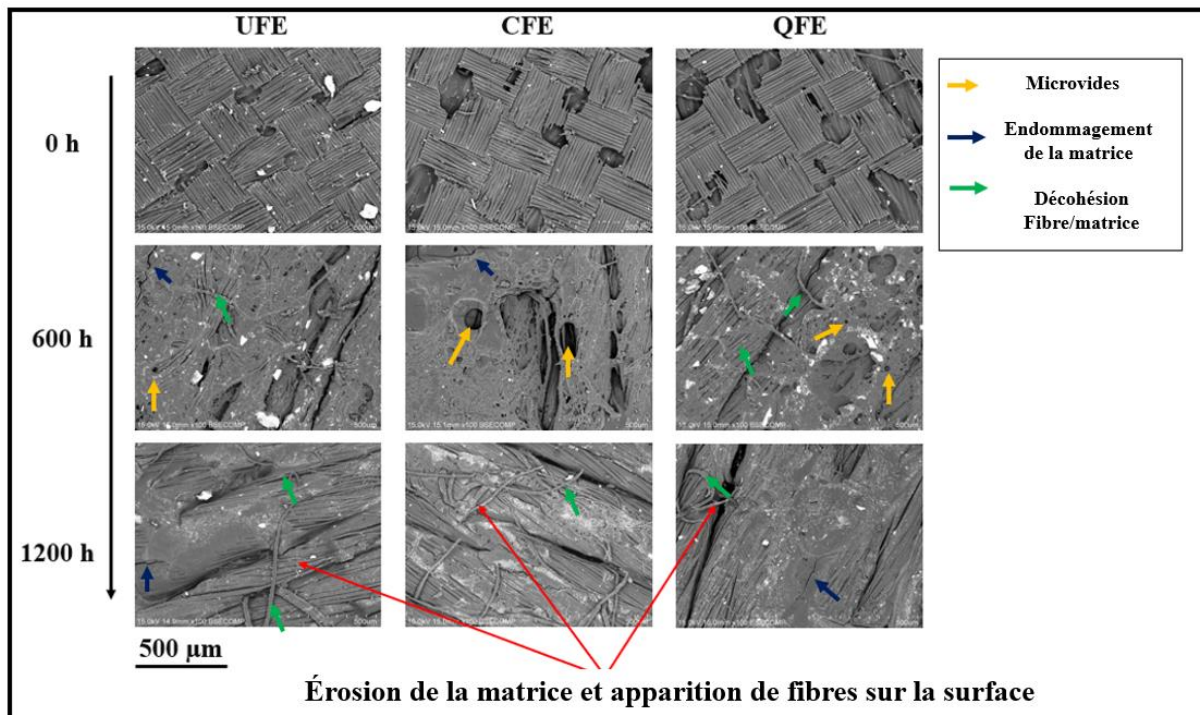
**Figure V-1. Les différentes configurations de lin/époxy sous différents intervalles de vieillissement.**

## V.3 Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Trois intervalles d'exposition distinctes ont été choisies pour l'analyse par MEB, comme illustré dans la **Figure V-2**. Avec le temps, les trois configurations ont montré des signes d'érosion de



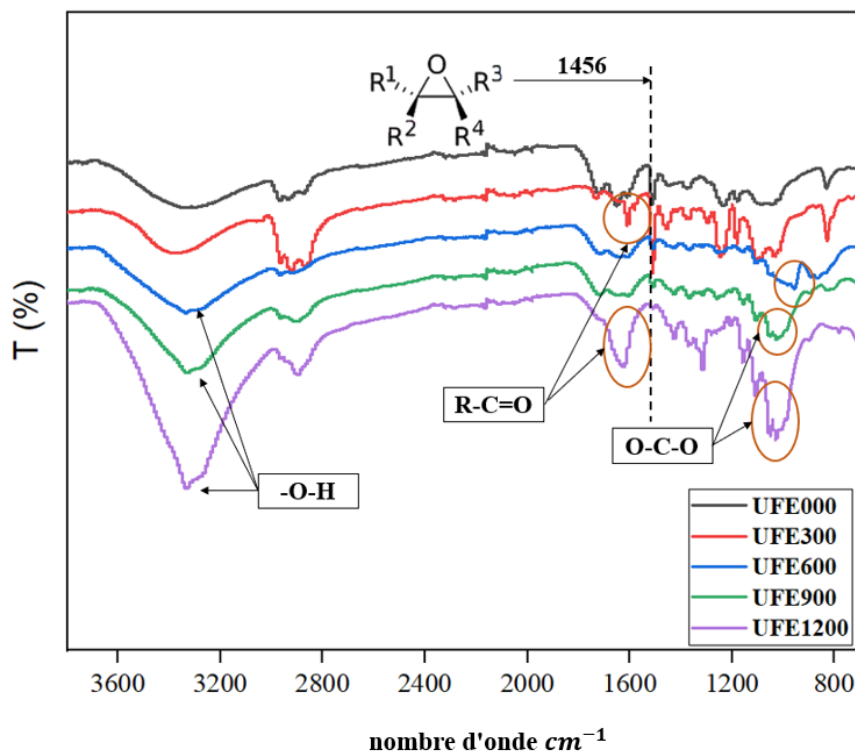
la matrice, de microfissures et d'apparition des fibres sur la surface. Des défauts similaires avaient également été observés auparavant dans la littérature [117-118]. Ces défauts résultent principalement de la nature hydrophile intrinsèque des fibres de lin, qui absorbent l'eau lorsqu'elles sont exposées à l'humidité. Cette absorption peut provoquer un gonflement des fibres, entraînant une contrainte à l'interface fibre-matrice. De plus, le faible pourcentage de lignine dans les fibres de lin [5] ne fournit pas une protection optimale contre les rayonnements UV. Les rayonnements UV dégradent les chaînes moléculaires de la lignine, exposant ainsi la cellulose et l'hémicellulose aux rayons UV. Avec une durée d'exposition accrue aux rayonnements UV, les fibres subissent une dégradation notable. De plus, la matrice époxy subit une dégradation de surface, une décoloration en raison de la dégradation des chaînes polymères induite par les UV. Cette dégradation peut affaiblir la liaison interfaciale entre les fibres de lin et la matrice époxy, compromettant l'efficacité du transfert du chargement [116, 120].



**Figure V-2. Images MEB de la dégradation de surface pour les trois configurations : UFE, CFE et QFE à différentes durées d'exposition.**

La spectroscopie FTIR a été réalisée pour déterminer les modifications chimiques subies par les échantillons exposés aux UV et à l'humidité dans la machine de vieillissement accéléré. La **Figure V-3** présente un spectre FTIR typique de la configuration UFE. L'axe des ordonnées du spectre représente le pourcentage de transmittance (%), tandis que l'axe des abscisses indique les nombres d'onde de 700 à 3700  $\text{cm}^{-1}$ , A noté que les nombres d'onde utilisés dans cette

analyse sont exprimés comme l'inverse de la longueur d'onde. Cette conversion implique la relation : nombre d'onde = 1 / longueur d'onde. Pour évaluer les effets du vieillissement, nous avons comparé les spectres obtenus des échantillons vieillis à ceux des échantillons de lin époxy non vieillis. Pour les échantillons non vieillis, un pic caractéristique de la matrice époxy a été observé à  $1456\text{ cm}^{-1}$ . Avec le temps, on observe la disparition de ce pic et l'apparition de trois nouveaux pics distincts, indiquant la dégradation des groupes époxy et la formation de nouveaux liens chimiques, formant des groupes carbonyle et ester. Vers la fin du processus de vieillissement, un pic large représentant le groupe OH a été observé dans la région de  $3300\text{ à }3400\text{ cm}^{-1}$ . Ce pic est attribué à la présence de groupes hydroxyles résultant de la dégradation de la matrice et de l'apparition des fibres de lin à la surface. En effet, la cellulose et l'hémicellulose présentes dans les fibres de lin contiennent des groupes hydroxyles.



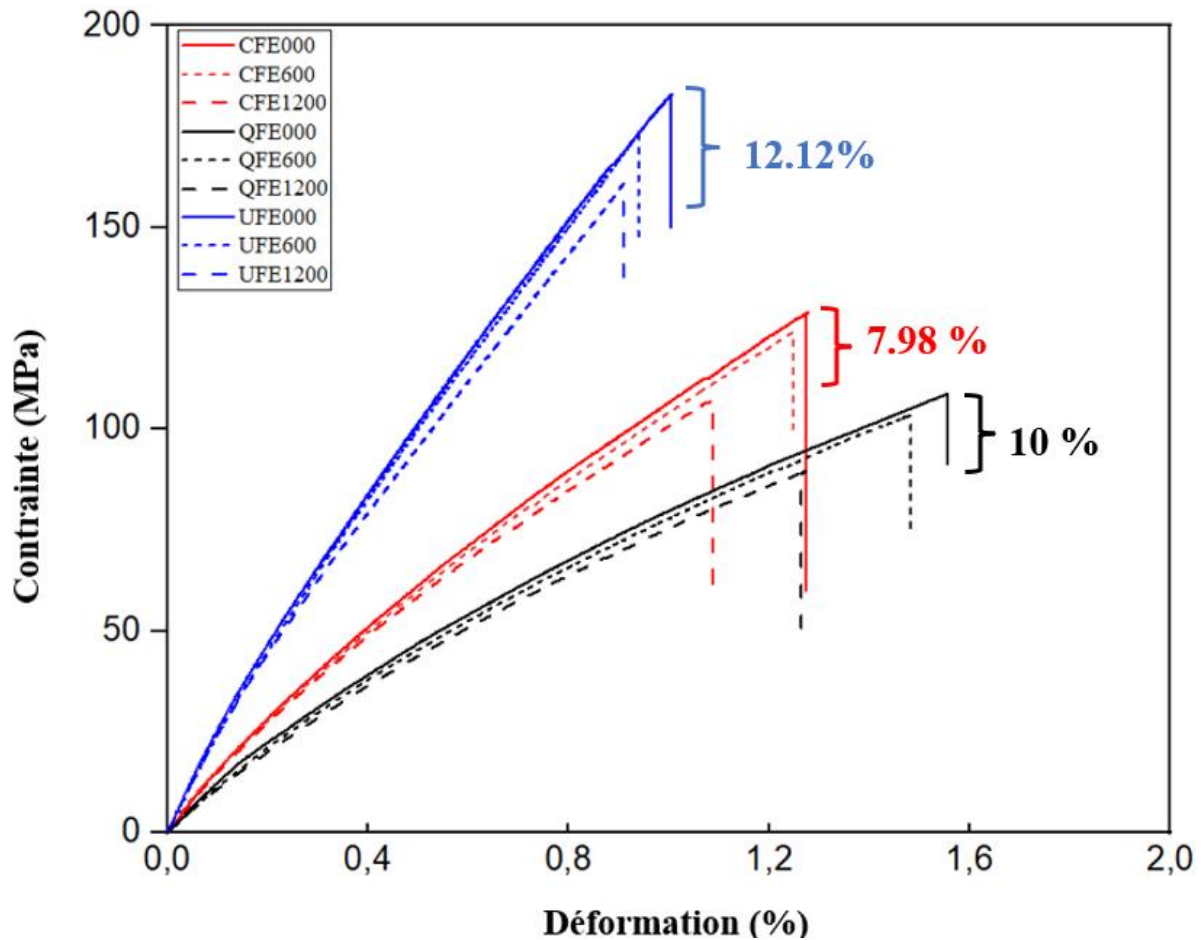
**Figure V-3. Comparaison du spectre FTIR (Transmittance en fonction du nombre d'onde) pour une séquence d'empilements pour les prélèvements de 0 h à 1200 h.**

#### V.4 Test de traction avant et après vieillissement

La **Figure V-4** illustre le comportement mécanique en traction des échantillons lin/époxy avant et après vieillissement pour les intervalles (0, 600 et 1200 h). Toutes les configurations ont montré un comportement fragile. À mesure que le temps de vieillissement augmentait, une réduction de la contrainte maximale en traction et de la déformation a été observée.

Pour toutes les configurations avec une exposition prolongée aux rayonnements UV, la matrice qui protège les fibres subit une dégradation, formant des vides et des microfissures qui peuvent compromettre l'intégrité structurelle globale du matériel. La configuration UFE a présenté la plus haute résistance, suivie de CFE puis de QFE. La performance supérieure de UFE est due à son alignement des fibres dans la direction du chargement, ce qui facilite un transfert de contrainte efficace. Les CFE ont des couches orientées à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  par rapport à la direction de chargement, offrant une rigidité et une résistance équilibrées. Cependant, cette structure peut être plus vulnérable au délaminage en raison des contraintes de cisaillement interlaminaire inhérentes. Le vieillissement peut intensifier cette vulnérabilité en induisant des fissures transversales et en permettant à l'humidité de pénétrer à l'interface matrice-fibre.

L'orientation quasi-isotrope de QFE, avec ses orientations de fibres variées, résulte en une distribution de contrainte plus uniforme à travers le matériel. Néanmoins, cette configuration reste susceptible aux effets du vieillissement. L'orientation des fibres dans la configuration QFE pourrait entraîner un effet de vieillissement dominé par la matrice prononcé. Les rayonnements UV peuvent dégrader la matrice, réduisant la ductilité. De plus, les orientations des fibres, notamment dans les directions  $45^\circ$  et  $-45^\circ$ , peuvent servir de conduits pour l'humidité, déclenchant une dégradation hydrolytique et un gonflement de la matrice. Les résultats de traction pour tous les temps de vieillissement (0, 300, 600, 900 et 1200 h) sont résumés dans le **Tableau V-2** et la **Figure V-5**. Les propriétés mesurées incluent le module élastique (E) en GPa, la déformation à la rupture ( $\epsilon$ ) en pourcentage, et la contrainte à la rupture ( $\sigma$ ) en MPa.



**Figure V-4. Courbes contrainte-déformation pour les configurations UFE, CFE et QFE à 0, 600 et 1200 h de temps de vieillissement.**

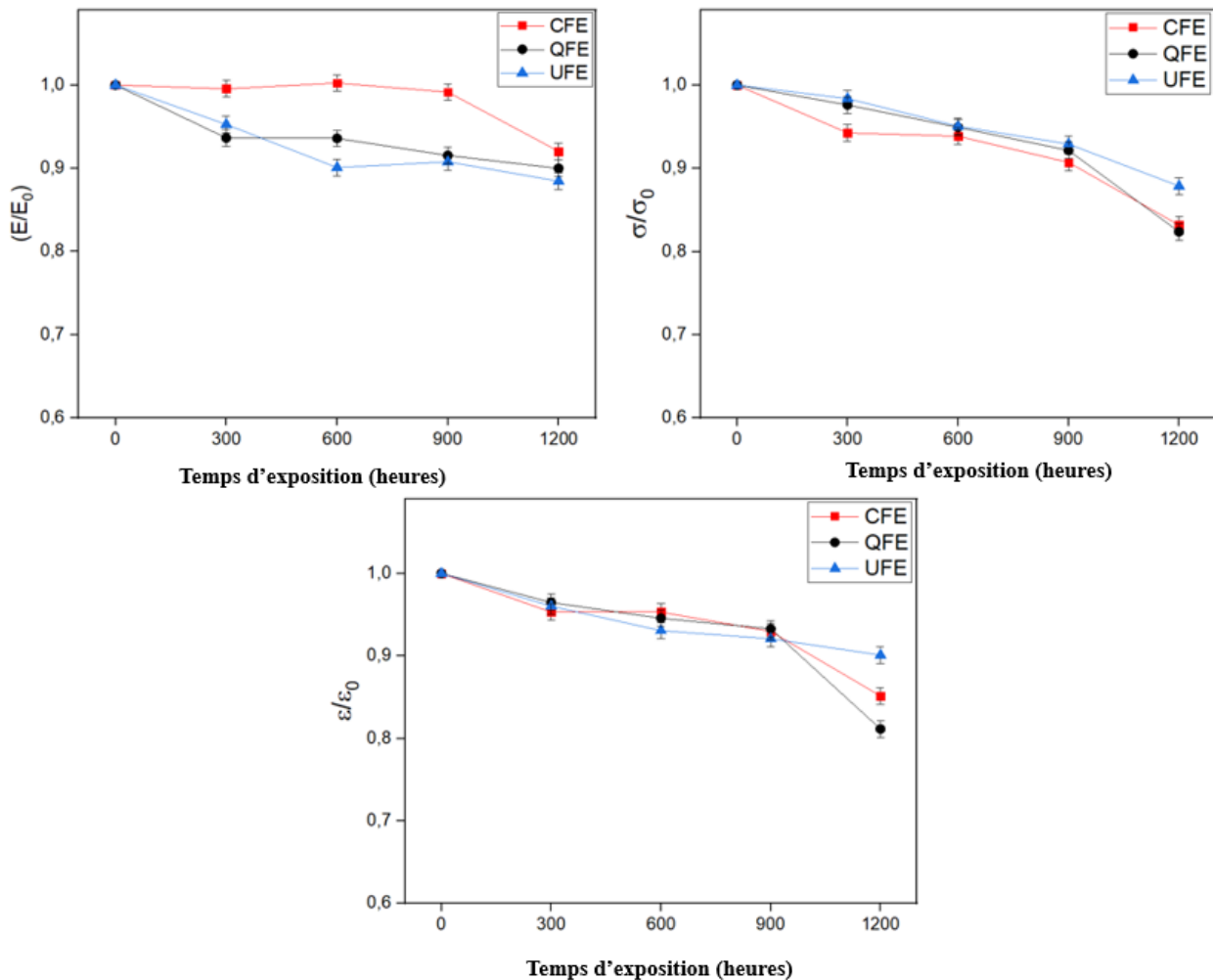
Les données du **Tableau V-2** révèlent un modèle cohérent : avec l'augmentation du temps d'exposition aux vieillissement accéléré, on observe une diminution du module d'élasticité ainsi que de la contrainte et de la déformation à la rupture. La configuration UFE a montré une diminution de 11,56 % du module de Young, de 12,12 % de la contrainte, et de 9,90 % de la

déformation. De même, la configuration CFE a révélé une baisse de 7,98 % du module de Young, de 16,77 % de la contrainte, et de 14,84 % de la déformation. Enfin, la configuration QFE a présenté une réduction de 10 % du module de Young, de 17,64 % de la contrainte, et de 18,59 % de la déformation. Ces résultats mettent en lumière les variations significatives des propriétés mécaniques parmi les différentes configurations, la configuration QFE affichant la plus grande baisse des propriétés de traction.

**Tableau V-2. Paramètres obtenus à partir des tests de traction pour les trois configurations UFE, CFE et QFE sur l'ensemble des périodes de vieillissement, allant de 0 à 1200 heures.**

		UFE			CFE			QFE		
		<i>E</i> (GPa)	$\mathcal{E}$ (%)	$\sigma$ (MPa)	<i>E</i> (GPa)	$\mathcal{E}$ (%)	$\sigma$ (MPa)	<i>E</i> (GPa)	$\mathcal{E}$ (%)	$\sigma$ (MPa)
Temps d'exposition (Heurs)	0	27.03 ± 0.5	1.01 ± 0.01	183.08 ± 1.23	16.17 ± 0.3	1.28 ± 0.01	128.87 ± 5.1	12.49 ± 0.14	1.56 ± 0.05	108.83 ± 4.2
	300	25.75 ± 0.34	0.97 ± 0.01	180.10 ± 1.54	16.10 ± 0.12	1.22 ± 0.04	121.47 ± 4.5	11.69 ± 0.3	1.51 ± 0.03	106.23 ± 2.1
	600	24.35 ± 0.45	0.94 ± 0.01	174.04 ± 1.35	16.12 ± 0.17	1.22 ± 0.03	120.95 ± 3.8	11.69 ± 0.3	1.48 ± 0.08	103.31 ± 2.9
	900	24.54 ± 0.26	0.93 ± 0.02	170.12 ± 1.6	16.03 ± 0.21	1.19 ± 0.01	116.90 ± 6.2	11.43 ± 0.13	1.46 ± 0.04	100.29 ± 1.2
	1200	23.91 ± 0.33	0.91 ± 0.01	160.88 ± 2.89	14.88 ± 0.19	1.09 ± 0.02	107.19 ± 6.6	11.24 ± 0.3	1.27 ± 0.05	89.65 ± 4.2

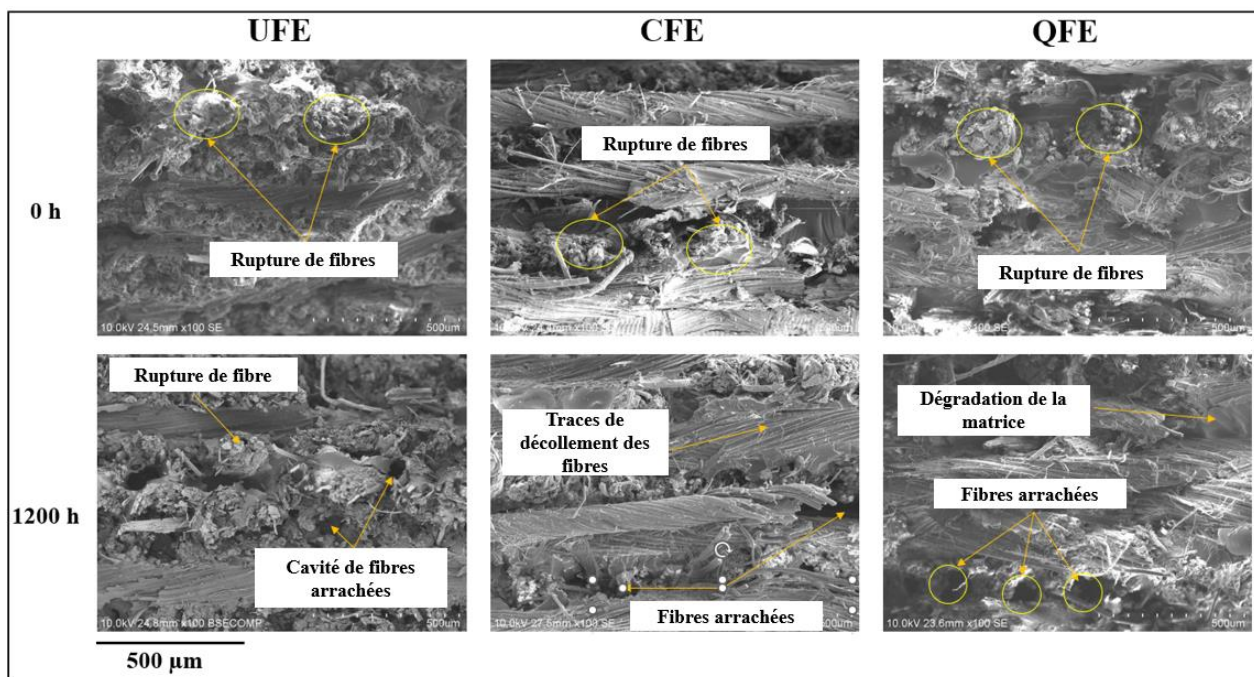
Les données présentées dans la **Figure V-5** complètent les observations du **Tableau V-1**, démontrant l'impact du temps d'exposition sur les propriétés mécaniques des trois configurations (UFE, CFE et QFE). Plus précisément, le module de traction normalisé, la résistance à la traction, et la déformation à la rupture comme paramètres. Cette normalisation par rapport aux premières valeurs nous permet de mieux visualiser et comparer les évolutions des propriétés mécaniques au fil du temps d'exposition. Les résultats montrent une diminution progressive du module de traction et de la résistance à la traction pour toutes les configurations, indiquant une dégradation des performances mécaniques due au vieillissement. En revanche, la déformation à la rupture présente des variations plus complexes, suggérant une interaction entre les effets de l'exposition et la structure interne des matériaux.



**Figure V-5. Évolution des propriétés mécaniques normalisés en traction pour les trois configurations : (a) Module de traction ( $E_t$ ), (b) Résistance à la traction ( $\sigma_t$ ), et (c) déformation à la rupture ( $\epsilon_t$ ).**

Une analyse en microscopie électronique à balayage (MEB) a été réalisée pour étudier la surface de fracture en traction des échantillons, tant non vieillis que vieillis, comme présenté dans la **Figure V-6**.

Les échantillons vieillis montrent une quantité élevée de décollement des fibres et d'arrachement des fibres. Ce phénomène peut être attribué à la détérioration de l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice à travers le cycle de vieillissement, due à l'absorption des UV et de l'humidité [77, 116, 121]. La fragilité accrue de la matrice et des fibres - illustrés par une intensification de l'arrachement des fibres - réduisent significativement la résistance à la traction et le module d'élasticité du composite, comme décrit par Beg et Pickering [122].



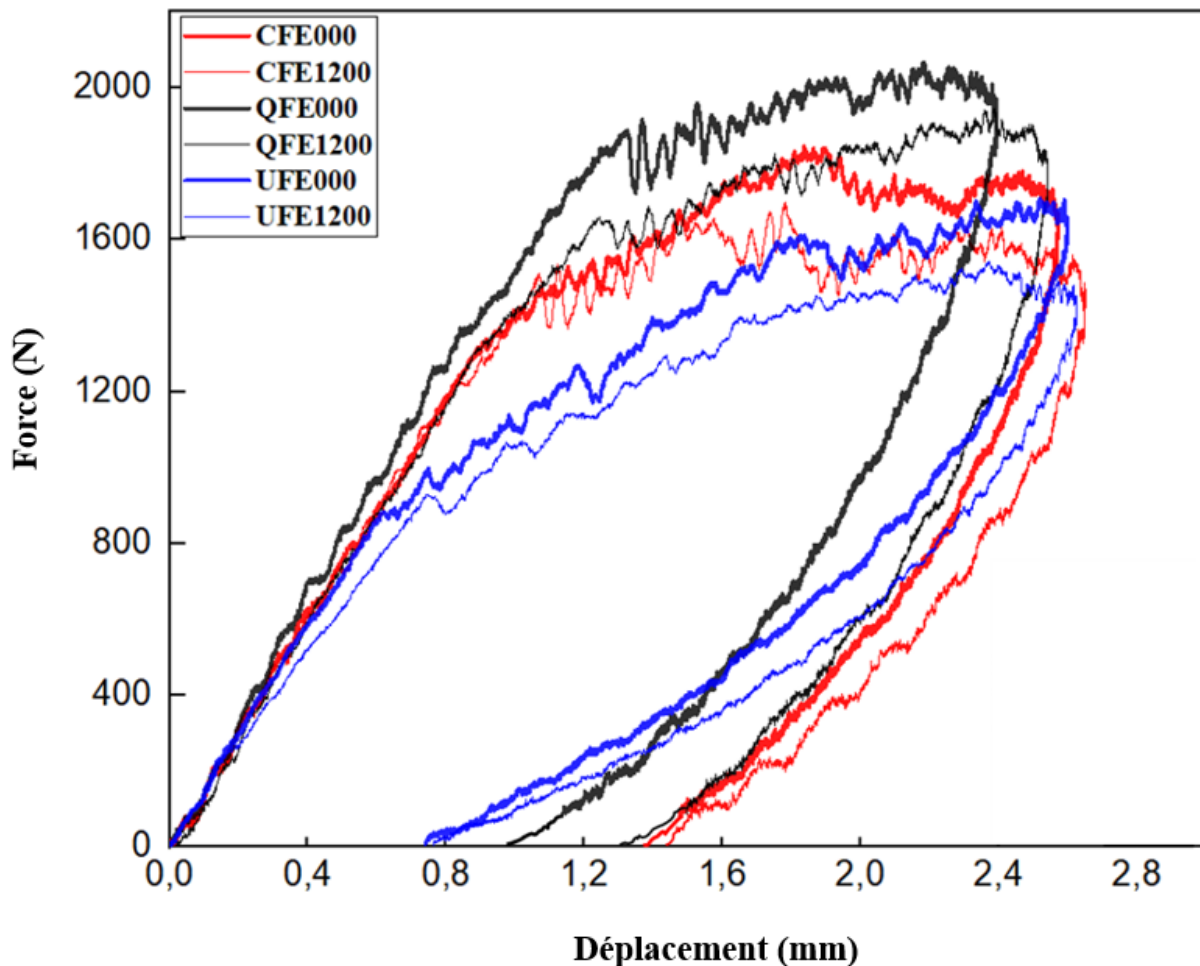
**Figure V-6. Image MEB (x100) illustrant la surface de rupture par traction pour les trois configurations, observée à divers intervalles de vieillissement (0 h, 600 h, 1200 h).**

### V.5 Test d'impact avant et après vieillissement

Les échantillons de lin/époxy avec les différentes séquences d'empilement ont été soumis à des essais d'impact à faible vitesse. L'énergie de l'impact a été fixée à 3 J (voir section 3.3.6). Les courbes de charge-déplacement représentatives à 0 et 1200 h de vieillissement pour les trois configurations sont présentées dans la **Figure V-7**. Toutes les courbes montrent une boucle fermée indiquant qu'il n'y a pas eu de perforation. Une augmentation linéaire est observée dans les courbes de charge-déplacement pour tous les échantillons à différents intervalles de

vieillessement, attribuée à leur comportement élastique. Ceci continue jusqu'à ce que la première chute soit atteinte, correspondant au point d'initiation de la fissure.

Une différence dans la force maximale d'impact est montrée entre les trois configurations de lin/époxy, où les échantillons QFE présentent une charge d'impact plus élevée, suivis par les CFE et UFE respectivement. Une influence significative sur la charge d'impact a été observée avec l'augmentation du temps d'exposition de 0 à 1200 h. La charge d'impact a diminué de 9,69 %, 8,02 % et 5,86 % pour les configurations UFE, CFE et QFE, respectivement. Cette diminution chez les spécimens vieillis était due à des microfissures superficielles (**Figure V-2**) qui se sont amplifiées et conduit à des dommages lors de l'impact, augmentant le déplacement maximal et l'énergie absorbée [20].



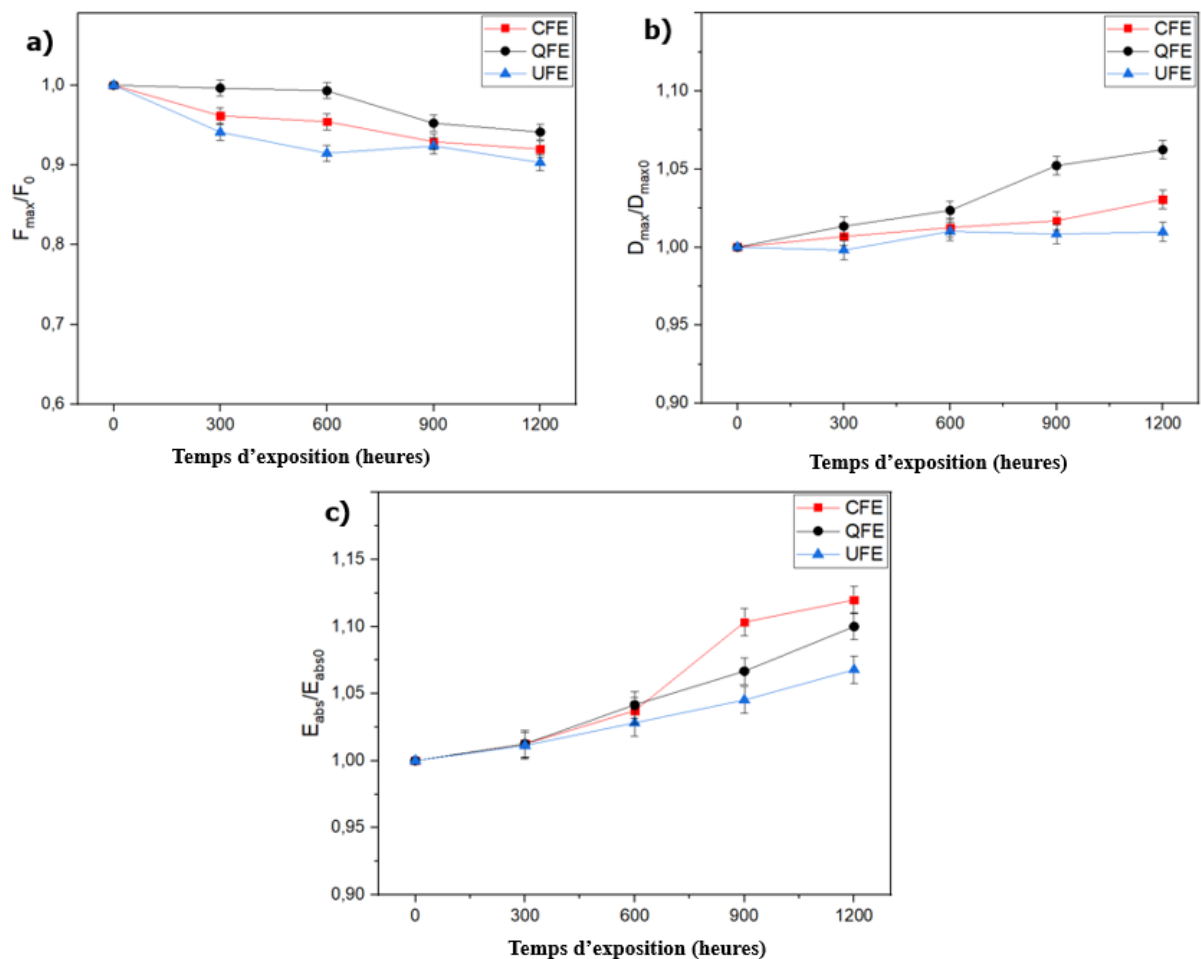
**Figure V-7. Courbe Force-Déplacement pour les trois configurations avant et après le cycle de vieillissement de 1200 h.**

Les données présentées dans la **Figure V-8** illustrent l'influence du temps d'exposition aux UV et humidité sur les propriétés d'impact des trois configurations de lin/époxy. Cette analyse



montre des données normalisées par rapport à la valeur initiale, permettant une comparaison relative.

Avec l'augmentation du temps de vieillissement, une diminution simultanée de la charge d'impact a été observée, accompagnée d'une augmentation du déplacement maximal et de l'énergie absorbée. De manière intéressante, la **Figure V-8c** révèle un changement significatif dans les ratios d'énergie absorbée à partir de 600 heures de vieillissement. Ce changement marque une nouvelle phase dans le processus de dégradation du matériau composite. Notamment, cette phase de dégradation fait la différence entre les trois configurations. L'augmentation de l'absorption d'énergie est corrélée avec le nombre croissant de défauts dans le matériau, indiquant une relation claire entre le vieillissement, le développement de défauts, et stabilité structurelle.

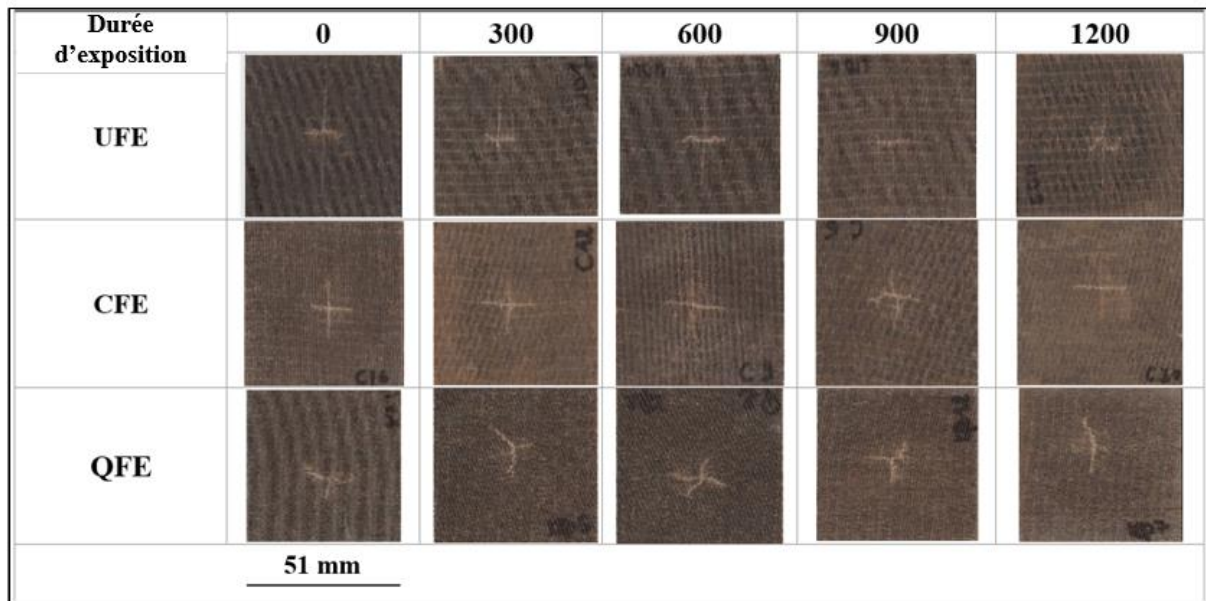


**Figure V-8. Propriétés mécaniques normalisées pour les trois configurations de lin/époxy en fonction du temps d'exposition avec a) la force d'impact, b) le déplacement maximal et c) l'énergie absorbée.**

Le **Tableau V-3** et la **Figure V-9** résument les résultats des essais d'impact pour les configurations UFE, CFE et QFE sur l'ensemble des périodes de vieillissement, allant de 0 à 1200 heures. Pour l'échantillon UFE, l'énergie absorbée est passée de 1,77 J à 0 h à 1,89 J à 1200 h, soit une augmentation de 6,78 %. Parallèlement, les dommages ont augmenté de 7,16 à 10,11 %, une hausse de 41,2 %. La charge maximale pour UFE a diminué de 1707,50 à 1542,01 N, représentant une baisse de 9,7 %. Pour l'échantillon CFE, l'énergie absorbée a augmenté de 2,42 J à 0 h à 2,71 J à 1200 h, indiquant une augmentation de 11,9 %. Les dommages ont augmenté de 5,12 à 7,723 %, soit une augmentation de 50,8 %. La charge maximale pour CFE a diminué de 1845,80 à 1697,86 N, une baisse de 8 %. Pendant ce temps, l'échantillon QFE a montré une augmentation de l'énergie absorbée de 2,40 à 2,64 J, soit une augmentation de 10 %. L'endommagement pour la séquence d'empilement QFE a augmenté de 6,15 à 8,82 %, soit d'environ de 43,5 %. En ce qui concerne la charge d'impact, cette dernière a diminué de 2067,14 à 1945,94 N, une baisse d'environ 5,9 %.

**Tableau V-3. Paramètres obtenus à partir des tests d'impact pour les trois configurations UFE, CFE et QFE sur l'ensemble des périodes de vieillissement, allant de 0 à 1200 heures.**

<b>Durée d'exposition (h)</b>	<b>0</b>	<b>300</b>	<b>600</b>	<b>900</b>	<b>1200</b>
<b>UFE</b>					
<b>Energie absorbée</b>	1.77 ± 0.02	1.79 ± 0.01	1.82 ± 0.03	1.85 ± 0.02	1.89 ± 0.01
<b>Force Max (N)</b>	1707.50 ± 50.36	1607.14 ± 28.12	1561.83 ± 32.88	1622.72 ± 45.12	1542.01 ± 55.78
<b>Endommagements %</b>	7.16 ± 0.05	8.18 ± 0.04	8.64 ± 0.04	9.68 ± 0.03	10.11 ± 0.01
<b>CFE</b>					
<b>Energie absorbée</b>	2.42 ± 0.02	2.45 ± 0.01	2.51 ± 0.03	2.67 ± 0.01	2.71 ± 0.02
<b>Force Max (N)</b>	1845.80 ± 42.13	1775.24 ± 31.76	1761.59 ± 38.56	1715.20 ± 12.88	1697.86 ± 10.55
<b>Endommagements %</b>	5.12 ± 0.02	5.45 ± 0.01	6.354 ± 0.02	6.12 ± 0.03	7.723 ± 0.05
<b>QFE</b>					
<b>Energie absorbée</b>	2.40 ± 0.01	2.43 ± 0.02	2.50 ± 0.02	2.56 ± 0.01	2.64 ± 0.03
<b>Force Max (N)</b>	2067.14 ± 25.12	2059.74 ± 31.55	2052.91 ± 28.13	1968.70 ± 41.3	1945.94 ± 10.18
<b>Endommagements %</b>	6.15 ± 0.02	6.48 ± 0.01	7.12 ± 0.04	7.56 ± 0.02	8.82 ± 0.05



**Figure V-9. Observation détaillée des dommages visuels sur les échantillons après impact, révélant les endommagements subis.**

Deux configurations principales, UFE et QFE, ont été sélectionnées pour évaluer l'influence du temps de vieillissement sur les dommages internes du composite lin/époxy. Le choix des configurations était fondé sur l'analyse visuelle et la différence dans les modes de dommage, où UFE et QFE ont montré un pourcentage de dommages élevé. Trois vues longitudinales (A-A, B-B, C-C) et transversales (a-a, b-b, c-c) ont été sélectionnées pour couvrir toute la zone endommagée, comme représenté dans les **Figures V-10 et V -11**.

Les **Figures V-10 et V-11** présentent une analyse tomographique qui élucide les dommages d'impact infligés, utilisant une énergie d'impact fixe de 3J mais différenciée par des durées de vieillissement variables (cas de 600 h et 1200 h). Ces intervalles spécifiques ont été choisis pour montrer un profil de dommage représentatif au sein des échantillons. L'analyse révèle distinctement divers modes de dommage, incluant la fissuration de la matrice, la rupture des fibres, et principalement, du délaminage. L'étendue des dommages est nettement plus prononcée à 1200 h de vieillissement, particulièrement au sein de la section longitudinale B-B, qui représente le centre de l'indentation et le déplacement maximal. L'analyse comparative des sections longitudinale A-A et C-C indique que, dans la configuration UFE, le délaminage et la fissuration de la matrice sont significativement plus étendues le long de l'axe longitudinal par rapport à la configuration QFE, qui atténue efficacement la propagation des fissures. Ce

phénomène souligne la raison derrière la résistance accrue à la charge d'impact observée dans cette dernière configuration.

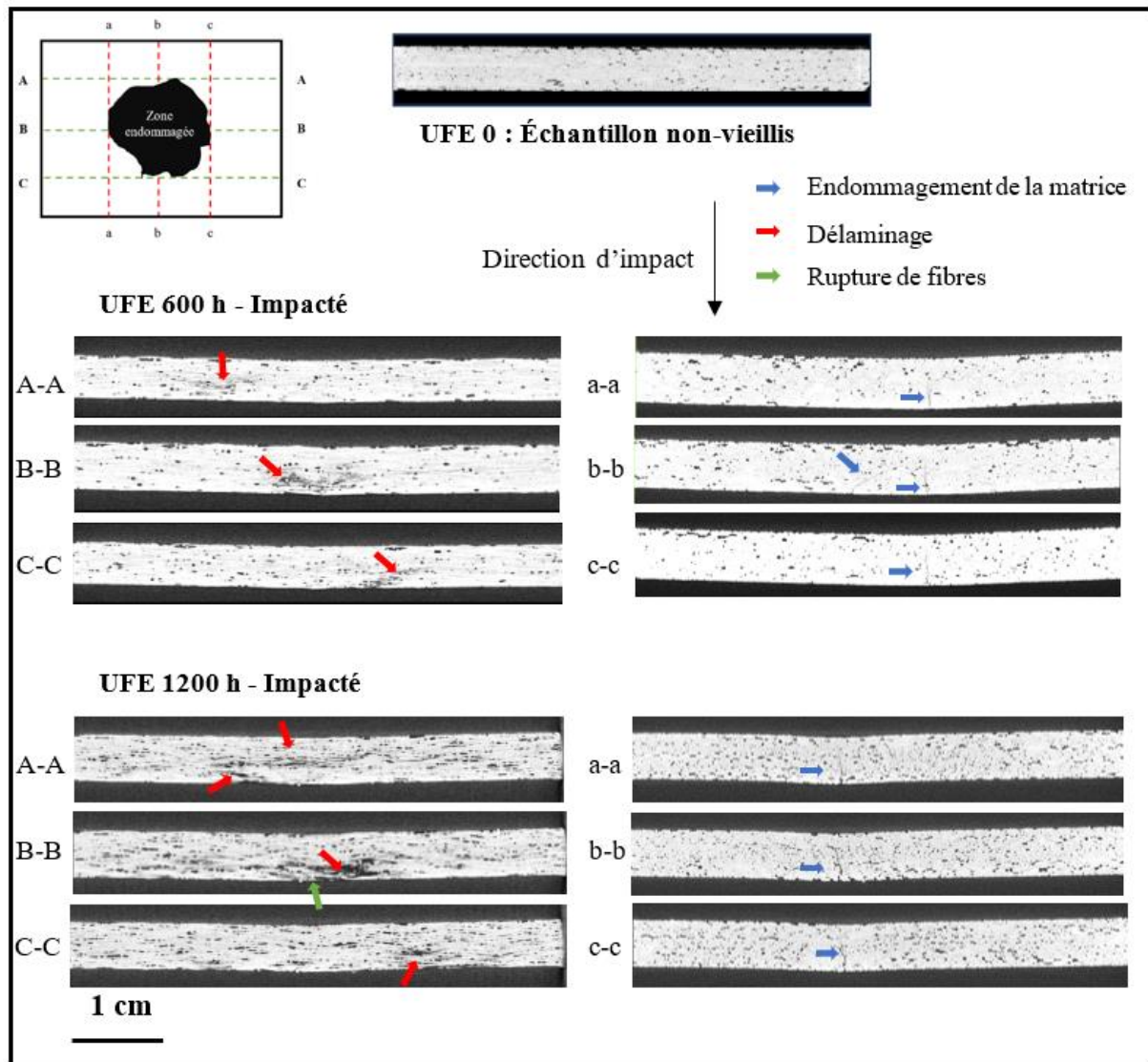
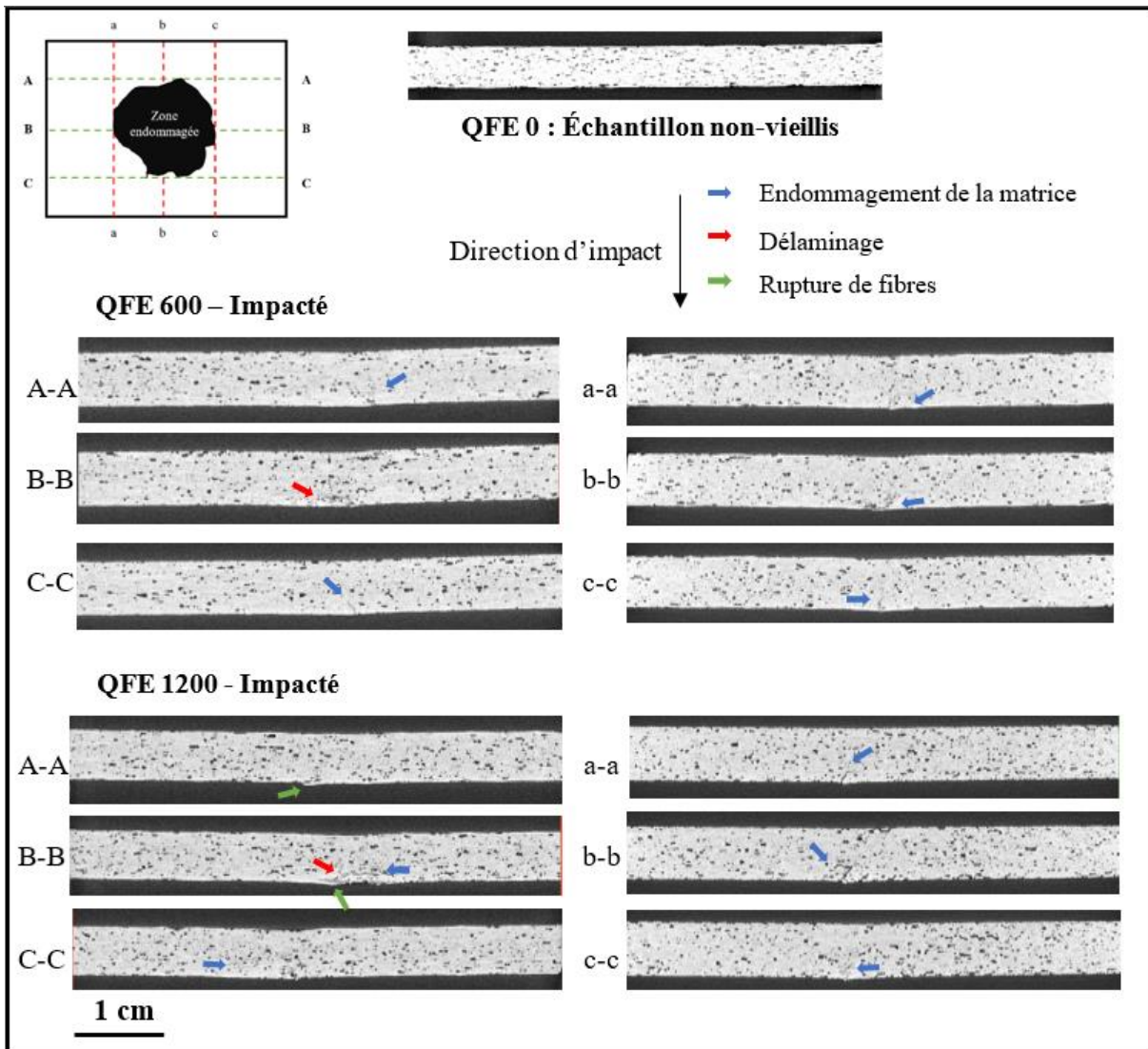


Figure V-10. Analyse tomographique de l'endommagement interne de la configuration UFE à  $E = 3 \text{ J}$  pour un intervalle de vieillissement de 600h et 1200 h.



**Figure V-11. Analyse tomographique de l'endommagement interne de la configuration QFE à  $E = 3 \text{ J}$  pour un intervalle de vieillissement de 600h et 1200 h.**

## V.6 Conclusions

Dans la deuxième partie de l'étude, des plaques composites lin/époxy avec des séquences de stratification distinctes ont subi un vieillissement accéléré pour explorer l'effet du vieillissement accéléré sur leurs propriétés mécaniques et leur microstructure. Les conclusions suivantes ont été tirées d'une analyse approfondie des résultats expérimentaux :

Le vieillissement accéléré a entraîné une décoloration visible de la surface, particulièrement après 900 et 1200 heures d'exposition. L'analyse MEB a montré une érosion de la matrice, des microfissures et l'émergence de fibres à la surface des composites. Ces anomalies de surface

ont été attribuées à la nature hydrophile des fibres de lin, à la dégradation de la matrice induite par les radiations UV et à l'absorption d'humidité.

La spectroscopie FTIR a révélé des changements chimiques significatifs dans les échantillons vieillis. La disparition des pics de la matrice époxy et l'émergence de nouveaux pics suggéraient une dégradation de l'époxy et la formation de nouvelles liaisons chimiques. La présence de groupes OH indiquait l'apparition de fibres de lin à la surface.

Les essais de traction ont montré une diminution constante du module élastique, ainsi que de la contrainte et de la déformation à la rupture avec l'augmentation du temps de vieillissement pour toutes les configurations. La configuration UFE a démontré la plus grande résistance, suivie par la CFE et la QFE.

Les tests d'impact à faible vitesse ont révélé que toutes les configurations présentaient une diminution de la résistance à l'impact avec l'augmentation du temps de vieillissement. Cette diminution a été attribuée aux microfissures superficielles causées par le vieillissement, conduisant à une augmentation du déplacement et de l'énergie absorbée lors de l'impact. Parmi les trois configurations, les échantillons QFE ont montré la plus haute charge d'impact, suivis par la CFE et la UFE.

La séquence de stratification a joué un rôle dans la détermination de la réponse du matériau au vieillissement, chaque configuration ayant une particularité. Comprendre ces effets est crucial pour la conception et l'application des composites lin/époxy dans diverses industries, surtout celles exposées à des conditions environnementales susceptibles d'induire un vieillissement et une dégradation. Des recherches supplémentaires sont nécessaires pour explorer des stratégies potentielles visant à améliorer la durabilité de ces composites dans de tels environnements tel que des revêtements à base de sources biodégradables.

L'analyse tomographique a démontré de manière concluante que le processus de vieillissement altère intrinsèquement la structure interne des composites lin/époxy, conduisant à une amplification des dommages sur des périodes prolongées de vieillissement, comme en témoignent les cas comparatifs de 600 heures et 1200 heures. Notamment, les échantillons vieillis ont exhibé une présence de microporosités plus importants par rapport aux échantillons non vieillis. De plus, l'analyse a montré que les dommages se propageaient plus facilement dans la direction longitudinale de la configuration UFE, contrairement à la QFE qui réduisait efficacement une telle propagation.

# **CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES**

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

- 1. Comportement en impact des échantillons avec différents taux de porosité :** Les échantillons présentant des taux de porosité élevés et faibles ont montré un comportement similaire lorsqu'ils sont soumis à des tests d'impact. Cela suggère que le taux de porosité n'affecte pas directement la résistance à l'impact du composite.
- 2. Effet de la porosité sur les mécanismes d'endommagement :** La porosité influence significativement les mécanismes d'endommagement du composite. En particulier, malgré des taux de porosité similaires, la configuration QFE a montré des niveaux de délaminage nettement plus élevés par rapport aux autres configurations, indiquant une sensibilité accrue de cette configuration à la porosité.
- 3. Propagation des fissures et porosité :** Les observations post-mortems réalisées au tomographe RX sur les éprouvettes impactées ont révélé que la porosité contribue à la propagation des fissures. Ces fissures peuvent servir de points de départ pour des dommages plus étendus, compromettant l'intégrité structurelle du composite.
- 4. Résultats de la flexion post-impact :** Les tests de flexion post-impact ont montré une diminution significative de la résistance du composite après un impact. Plus précisément, la configuration CFE a subi une baisse de résistance de 14 %, tandis que les configurations QFE et AFE ont connu des diminutions plus importantes de 27 % après un impact de 10 J. Cela souligne l'effet néfaste des impacts sur les propriétés mécaniques des composites.
- 5. Effets du vieillissement sur le composite :** Le vieillissement a altéré non seulement la surface mais aussi la composition chimique du composite, affectant ses propriétés mécaniques en traction et en impact. Les essais d'impact à basse vitesse ont révélé une diminution de la résistance à l'impact avec l'augmentation du temps d'exposition au vieillissement. Cette diminution est attribuée à la formation de microfissures superficielles causées par le vieillissement.
- 6. Corrélation entre le modèle numérique et les essais expérimentaux :** Le modèle numérique développé a montré une très bonne corrélation avec les résultats des essais expérimentaux. Cette corrélation renforce l'importance du modèle pour la prédiction de la charge maximale que le composite peut supporter et des différents types d'endommagements, sans avoir recours à des techniques coûteuses et complexes comme la tomographie RX.



Ces conclusions permettent de mieux comprendre l'impact de la porosité et du vieillissement sur les composites lin/époxy, tout en soulignant l'efficacité des modèles numériques pour prédire les comportements mécaniques et les mécanismes d'endommagement.

Les perspectives de cette étude visent à :

1. Étudier la fatigue du composite après vieillissement afin de mieux comprendre l'évolution de ses propriétés mécaniques sur le long terme.
2. Développer un revêtement contre les UV pour protéger la surface du composite et prévenir la dégradation due aux rayons ultraviolets.
3. Mettre en place une modélisation numérique des effets de la porosité et du vieillissement pour optimiser la conception et les applications des composites lin/epoxy.

## REFERENCES

- [1] F.M. AL-Oqla, S.M. Spauan. Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry. *Journal of Cleaner Production* Volume 66, 1 March 2014, Pages 347-354.
- [2] M. Kumaresan, S. Sathish, N.Karthi. Effect of Fiber Orientation on Mechanical Properties of Sisal Fiber Reinforced Epoxy Composites. *Journal of Applied Science and Engineering*, Vol. 18, No. 3, pp. 289294 (2015).
- [3] P. Peças, H. Carvalho, H. Salman and M. Leito. Natural Fibre Composites and Their Applications: A Review.
- [4] M. S. HUDA, L. T. DRZAL, D. RAY, A. K. MOHANTY, and M. MISHRA, “Natural-fiber composites in the automotive sector,” *Properties and Performance of Natural-Fibre Composites*, pp. 221–268, 2008.
- [5] S. Sathish, N. Karthi, L. Prabhu, S. Gokulkumar, D. Balaji, N. Vigneshkumar, T.S.A Farhan, A. Akilkumar, V.P. Dinesh. A review of natural fiber composites: Extraction methods, chemical treatments, and applications. *Materials Today: Proceedings* Volume 45, Part 9, 2021, Pages 8017-8023.
- [6] Vi Vi Do Thi Do Thi. *Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. Alimentation et Nutrition*. Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011.
- [7] A. Perrier. *Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy*. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 12.2016.
- [8] M. Mejri. *Etudes expérimentale et numérique du comportement en fatigue du polyéthylène haute densité renforcé avec des fibres courte de bouleau*. PhD thesis. Université du Québec à Trois-Rivières. 07.2019.
- [9] Y. Brouard. *Caractérisation et optimisation d'un composite biosourcé pour l'habitat. Construction durable*. École doctorale université de Tours, 2018. Français. tel-01835828.

- [10] Karine CHARLET. Contribution à l'étude de composite unidirectionnel renforcée par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. PhD thésis, École Doctorale SIMEM, Université de CAEN, 08-2006.
- [11] Amélie Cuynet. Étude du comportement mécanique à l'impact et en post-impact de matériaux composites à fibres végétales. PhD thesis, École Doctorale SISEO Sciences et Ingénierie des Systèmes, de l'Environnement et ds Organisations, 11.2018.
- [12] F. Aloui. Rôle des absorbeurs UV inorganiques sur la photostabilisation des systèmes bois-finition transparente.
- [13] M. El Boustani. Modification des fibres végétales par un procédé écologique : effets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques.
- [14] D. U. Shah. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review. *Journal of Materials Science*, 48 :6083–6107, 09 2013.
- [15] Marwa Abida. Comportement hygroscopique et couplage hygromécanique dans les composites lin / époxy : approche expérimentale multi-échelle et modélisation.
- [16] Delphin Pantaloni, Darshil U. Shah, Christophe Baley, Alain Bourmaud. Développement de composites non-tissés biodégradables renforcés par des fibres de lin : étude des performances mécaniques et de la biodégradabilité. 21ème Journées Nationales sur les Composites, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux, Jul 2019, Bordeaux, Talence, France.
- [17] M. Habibi. Développement et caractérisation de nouveaux composites hybrides UD lin/papier et UD lin/mat lin.
- [18] V. Krishnaraj, R. Zitoune, J. P. Davim. *Drilling of Polymer-Matrix Composites*.
- [19] B. Louis, P. Ermanni, *Out-of-autoclave prepreg processing*. Wiley Encyclopedia of Composites.
- [20] P. Hubert, G. Fernlund, A. Poursartip. *Autoclave processing for composites*. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [21] H.Mohamed. Développement et caractérisation de nouveaux composites hybrides UD lin/papier et UD lin/mat lin. Thèse de doctorat, Université du Québec, 2016.

- [22] D. U. Shah, “Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: à critical review,” *Journal of Materials Science*, vol. 48, no. 18, pp. 6083–6107.
- [23] H.S.P. da Silva, H.L. Ornaghi, J.H.S. Almeida Jr., S.C. Amico, Mechanical behavior and correlation between dynamic fragility and dynamic mechanical properties of curaua fiber composites, *Polym. Compos.* 35 (2014) 1078–1086.
- [24] I. El Sawi, H. Bougherara, R. Zitoune, Z. Fawaz. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*. Volume 8, Number 1, 2014, pp. 69-76(8).
- [25] A. Lotfi , H. Li , D. V. Dao, G. Prusty. Natural fiber–reinforced composites: A review on material, manufacturing, and machinability. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*. 2021; 34 (2): 238-284.
- [26] A.S. Ismail, M. Jawaid, N.H. Hamid, R. Yahaya, M. Sain, S.N Sarmin. Dimensional stability, density, void and mechanical properties of flax fabrics reinforced bio-phenolic/epoxy composites. *Journal of Industrial Textiles*. 2022;52.
- [27] C. Meola, G. M. Carlomagno. Infrared thermography to evaluate impact damage in glass/epoxy with manufacturing defects. *International Journal of Impact Engineering* Volume 67, 2014, Pages 1-11.
- [28] B. Madsen, A. Thygesen, H. Lilholt, Plant fibre composites – porosity and volumetric interaction, *Composites Science and Technology*, Volume 67, Issues 7–8, 2007, Pages 1584-1600.
- [29] M. Mehdikhani, L. Gorbatikh, I. Verpoestand, S.V Lomov, Voids in Fiber-reinforced Polymer Composites: A Review on their Formation, Characteristics, and Effects on Mechanical Performance, *Journal of Composite Materials*, 2019, vol 53(12), 1579–1669.
- [30] E. TOSSOU. Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin : Mise en oeuvre et Caractérisation mécanique. Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie.
- [31] H. Schoeller. Hydrogéologie. Ecole Nationale Supérieur du Pétrole, Technip, Paris, 2 :443, 1955.

- [32] I. A. Hakim, S. L. Donaldson, N. G. Meyendorf, and C. E. Browning, “Porosity Effects on Interlaminar Fracture Behavior in Carbon Fiber-Reinforced Polymer Composites,” *Materials Sciences and Applications*, vol. 08, no. 02, pp. 170–187, 2017.
- [33] B. Harper, G. Staab, and R. Chen. A note on the effects of voids upon the hygral and mechanical properties of AS4/3502 Graphite/Epoxy. *Journal of Composite Materials*, 21 :280–289, 1987.
- [34] L. Liu, B. Zhang, and D. Wang. Void content in carbon/epoxy composites and its effects on flexural properties. 49th International Sampe Symposium and Exhibition, pages 254–261, 2004.
- [35] L. Yan, N. Chouw, K. Jayaraman. Flax fiber and its composites – A review.
- [36] M. Wisnom, T. Reynolds, and N. Gwilliam. Reduction in ILSS by discrete and distributed Voids. *Composites Science and Technology*, 56 :93–101, 1996.
- [37] Y. Ledru. Etude de la porosite dans les materiaux composites stratifies aeronautiques. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2009.
- [38] M. Assarar, D. Scida, A. El Mahi, C. Poilâne, and R. Ayad. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials : Flax– fibres and glass–fibres. *Materials & Design*, 32(2) :788–795, 2011.
- [39] H. Dhakal, Z. Zhang, and M. Richardson. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites science and technology*, 67(7-8) :1674–1683, 2007.
- [40] A. Le Duigou, A. Bourmaud, and C. Baley. In-situ evaluation of flax fibre degradation during water ageing. *Industrial Crops and Products*, 70 :204–210, 2015.
- [41] S. Panthapulakkal and M. Sain. Injection-molded short hemp fiber/glass fiber-reinforced polypropylene hybrid composites—mechanical, water absorption and thermal properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 103(4) :2432–2441, 2007.
- [42] M. J. John and R. D. Anandjiwala. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymer composites*, 29(2) :187–207, 2008.
- [43] D. Scida, M. Assarar, C. Poilâne, and R. Ayad. Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites Part B : Engineering*, 48 :51–58, 2013.

- [44] R.H. Newman, Auto-accelerative water damage in an epoxy composite reinforced with plain-weave flax fabric, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 40 (2009) 1615–1620.
- [45] H M Khanlou et al. The mechanical properties of flax fibre reinforced poly (lactic acid) bio-composites exposed to wet, freezing and humid environments.
- [46] Z.N. Azwa, B.F. Yousif, A.C. Manalo, W. Karunasena, A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres, *Mater. Des.* 47 (2013) 424–442.
- [47] L. Soccalingame, D. Perrin, J.-C. Bénézet, and A. Bergeret. Reprocessing of UV-weathered wood flour reinforced polypropylene composites: Study of a natural outdoor exposure. *Polymer Degradation and Stability*, 133 :389–398, 2016.
- [48] C. Badji, J. Beigbeder, H. Garay, A. Bergeret, J.-C. Bénézet, and V. Desauziers. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene biocomposites : Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. *Polymer Degradation and Stability*, 148 :104 – 116, 2018.
- [49] L. Belec, T. Nguyen, D. Nguyen, and J. Chailan. Comparative effects of humid tropical weathering and artificial ageing on a model composite properties from nano-to macro-scale. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 68 :235–241, 2015.
- [50] D. B. Dittenber and H. V. S. GangaRao, “Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, Aug. 2012.
- [51] L. M. Matuana, S. Jin, and N. M. Stark, “Ultraviolet weathering of HDPE/wood-flour composites coextruded with a clear HDPE cap layer,” *Polymer Degradation and Stability*, vol. 96, no. 1, pp. 97–106, Jan. 2011.
- [52] T. Lu, E. Solis-Ramos, Y. Yi, M. Kumosa. UV degradation model for polymers and polymer matrix composites. *Polym. Degrad. Stab.* 2018, 154, 203–210.
- [53] E.J Petersen, T. Lam, J.M Gorham, K.C Scott, C.J. Cong, D. Stanley, R. Sharma, J.A. Liddle, B. Pellegrin, T. Nguyen. Methods to assess the impact of UV irradiation on the surface chemistry and structure of multiwall carbon nanotube epoxy nanocomposites. *Carbon N. Y.* 2014, 69, 194–205.
- [54] A.Q Dayo, A.A Babar, Q.R Qin, S. Kiran, J. Wang, A.H. Shah, A. Zegaoui, H.A Ghouti, W.B Liu. Effects of accelerated weathering on the mechanical properties of hemp

fibre/polybenzoxazine based green composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 2020, 128, 105653.

[55] S.S Chee, M. Jawaid, M.T.H Sultan, O.Y Alothman, L.C Abdullah. Accelerated weathering and soil burial effects on colour, biodegradability and thermal properties of bamboo/kenaf/epoxy hybrid composites. *Polym. Test.* 2019, 79, 106054

[56] F. Aloui. Rôle des absorbeurs UV inorganiques sur la photostabilisation des syst`emes bois-finition transparentes.

[57] M.D.H Beg, K.L Pickering. Accelerated weathering of unbleached and bleached kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stabil* 2008;93:1939–460.

[58] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman. Effect of UV and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications.

[59] ASTM D 4329-99 : Standard Practice for Fluorescent UV Exposure of Plastics.

[60] K. Yorseng, S.M Rangappa, H. pulikkalparambil, S. Sciengchin, J. Parameswaranpillai. Accelerated weathering studies of kenaf/sisal fiber fabric reinforced fullybiobased hybrid bioepoxy composites for semi-structural applications:Morphology, thermo-mechanical, water absorption behavior and surfacehydrophobicity. *Construction and Building Materials* 235 (2020) 117464.

[61] M. Uyaner and M. Kara. ‘Dynamic Response of Laminated Composites Subjected to Low-Velocity Impact’, *Journal of COMPOSITE MATERIALS*, Vol. 41, No. 24/2007.

[62] V. Shim and L. Yang. Characterization of the residual mechanical properties of woven fabric reinforced composites after low-velocity impact. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47(4-5) :647–665, 2005.

[33] V. Shim and L. Yang. Characterization of the residual mechanical properties of woven fabric reinforced composites after low-velocity impact. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47(4-5) :647–665, 2005.

[64] ASTM D7136: Standard Test Method for Measuring the Damage Resistance of a Fiber Reinforced Polymer Matrix Composite to a Drop-Weight Impact Event.

- [65] K. S. Ahmed, S. Vijayarangan, and A. Kumar. 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, 2007.
- [66] M. Ravandi, W. Teo, L. Tran, M. Yong, and T. Tay. Low velocity impact performance of stitched flax/epoxy composite laminates. *Composites Part B : Engineering*, 117 :89–100, 2017.
- [67] A. Cuynet. Etude du comportement mécanique à l’impact et en post-impact de matériaux composites à fibres végétales
- [68] Lachaud, Frédéric Multi scale analysis of composite structures behavior. (2011) [HDR].
- [69] C. Atas, O. Sayman .An overall view on impact response of woven fabric composite plates. *Composite Structures* 82 (2008) 336–345
- [70] K. Srinivasan and S.N. Tiwari, ‘Impact response of composite materials. Old Dominion University Research foundation, P.O box 6369. Norfolk, Virginia 23508-0369.
- [71] D. De Vasconcellos. Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique - Poitiers, 2013.
- [72] E. Sevkati, B Liaw, F Delale, B.B. Raju. Drop-weight impact of plain-woven hybrid glass–graphite/toughened epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Volume 40, Issue 8, August 2009, Pages 1090-1110
- [73] S. Liang, L. Guillaumat P.N. Gning. Impact behaviour of flax/epoxy composite plates. *International Journal of Impact Engineering* Volume 80, June 2015, Pages 56-64.
- [74] Y. Lebaupin, T.Q.T. Hoang, M. Chauvin, F. Touchard. Influence of the stacking sequence on the low-energy impact resistance of flax/PA11 composite. *Journal of Composite Materials* 0(0) 1–12.
- [75] B.L Sy. Z. Fawaz. H. Bougherara. "Damage evolution in unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates subjected to low velocity impact loading". *Composite Part A*. 112 (2018) 452-467.
- [76] M. Ashby. The CES EduPack database of natural and man-made materials (MFA, 20/12/2007), 2007. Cambridge University and Granta Design: Cambridge, UK.



- [77] K.R. Ramakrishnan, S. Corn, N. Le Moigne, P. Slangen, "Low velocity impact damage assessment in natural fibre biocomposites," in ICCM21-21st International Conference on Composite Material, 2017.
- [78] S. Liang, P.-B. Gning, and L. Guillaumat, "Quasi-static behaviour and damage assessment of flax/epoxy composites," *Materials & Design*, vol. 67, pp. 344–353, Feb. 2015.
- [79] A. W. Van Vuure, J. Baets, K. Wouters, and K. Hendrickx, "Compressive properties of natural fibre composites," *Materials Letters*, vol. 149, pp. 138–140, Jun. 2015.
- [80] Z. Mahboob, I. E. Sawi, R. Zdero, and Z. Fawaz, "Tensile and compressive damaged response in Flax fibre reinforced epoxy composites," *Composites. Part A, Applied science and manufacturing*, Jan. 01, 2017.Z.
- [81] C. Baley, M. Lan, A. Bourmaud, and A. Le Duigou, "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*, vol. 16, pp. 300–306, Sep. 2018.
- [82] L. Liu, B.-M. Zhang, D.-F. Wang, and Z.-J. Wu, "Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates," *Composite Structures*, vol. 73, no. 3, pp. 303–309, Jun. 2006.
- [83] Lewin M. Handbook of fiber chemistry. Third ed, 2007. Boca Raton: CRC Press LLC. 31. Vuure A. Natural fibre composites: recent developments, in *Innovation for Sustainable Production (i-SUP)*. 2008. Bruges, Belgium.
- [84] A. Komuraiah, N. S. Kumar, and B. D. Prasad, "Chemical Composition of Natural Fibers and its Influence on their Mechanical Properties," *Mechanics of Composite Materials*, vol. 50, no. 3, pp. 359–376, Jul. 2014, doi: 10.1007/s11029-014-9422-2.
- [85] L. Mwaikambo, "Review of the history, properties and application of plant fibres," *African Journal of Science and Technology*, vol. 7, no. 2, p. 121, 2006.
- [86] Huo S, Ulven CA, Wang H, Wang X. Chemical and Mechanical Properties Studies of Chinese Linen Flax and Its Composites. *Polymers and Polymer Composites* 2013; 21:275–86.
- [87] A. Djabali. Etude expérimentale du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite stratifié carbone/époxy épais. Thèse de Doctorat en Génie mécanique.

- [88] B. Verone, (2018). Étude du comportement statique et dynamique d'un matériau composite textile interlock 3D - caractérisation expérimentale et modélisation numérique
- [89] K. Fatima, E. Bachir, and D. Fabienne, "Review of damages prediction in a composite material at low velocity impact," *Global Journal of Engineering and Technology Advances*, vol. 1, no. 1, pp. 027–042, Dec. 2019.
- [90] S. Bennati, P. Fiscaro, and P. S. Valvo, "An enhanced beam-theory model of the mixed-mode bending (MMB) test—Part I: Literature review and mechanical model," *Meccanica*, vol. 48, no. 2, pp. 443–462, Jan. 2013.
- [91] N. K. Fatima, N. E. Bachir, and N. D. Fabienne, "Review of damages prediction in a composite material at low velocity impact," *Global Journal of Engineering and Technology Advances*, vol. 1, no. 1, pp. 027–042, Dec. 2019,
- [92] U. Farooq and P. Myler, "Finite element simulation of damage and failure predictions of relatively thick carbon fibre-reinforced laminated composite panels subjected to flat and round noses low velocity drop-weight impact," *Thin-Walled Structures*, vol. 104, pp. 82–105, Jul. 2016.
- [93] U. Farooq and P. Myler, "Efficient computational modelling of carbon fibre reinforced laminated composite panels subjected to low velocity drop-weight impact," *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 54, pp. 43–56, Feb. 2014.
- [94] M. O. Bozkurt, L. Parnas, and D. Coker, "Simulation of Drop-Weight Impact Test on Composite Laminates using Finite Element Method," *Procedia Structural Integrity*, vol. 21, pp. 206–214, 2019.
- [95] D. Feng and F. Aymerich, "Finite element modelling of damage induced by low-velocity impact on composite laminates," *Composite Structures*, vol. 108, pp. 161–171, Feb. 2014.
- [96] J. Fan, Z. Guan, and W. J. Cantwell, "Modeling perforation in glass fiber reinforced composites subjected to low velocity impact loading," *Polymer Composites*, vol. 32, no. 9, pp. 1380–1388, Aug. 2011
- [97] A. Cuynet. D. Scida. É. Roux. F. Toussaint. R. Ayad. M. Lagache. "Damage characterisation of flax fibre fabric reinforced epoxy composites during low velocity impacts using high-speed imaging and Stereo Image Correlation". *Composite structure*. 202 : 1186-1194. 2018.

- [98] A. Hadj Djilani, A. Kioua, R. Zitoune, L. Toubal, H. Bougherara, "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*, vol. 237, no. 11, pp. 2361–2378, 2023.
- [99] ASTM D790: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.
- [100] A. Djabali, L. Toubal, R. Zitoune, S. Rechak. Fatigue damage evolution in thick composite laminates: Combination of X- ray tomography, acoustic emission and digital image correlation. *Composites Science and Technology* Volume 183, 20 October 2019, 107815.
- [101] ASTM D3039/D3039M-08 Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials.
- [102] ASTM D5628-18 Standard Test Method for Impact Resistance of Flat, Rigid Plastic Specimens by Means of a Falling Dart (Tup or Falling Mass).
- [103] ASTM G154-23 Standard Practice for Operating Fluorescent Ultraviolet (UV) Lamp Apparatus for Exposure of Materials.
- [104] B. L. Sy, Z. Fawaz, H. Bougherara. Numerical simulation correlating the low velocity impact behaviour of flax/epoxy laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Volume 126, November 2019, 105582.
- [105] A. Massa, "Caractérisation mécanique d'un matériau composite en tissu de verre et matrice polyamide 6 sous différents types de chargement dynamique," *Caractérisation mécanique d'un matériau composite en tissu de verre et matrice polyamide 6 sous différents types de chargement dynamique - Université de Lorraine*, Apr. 2018.
- [106] J. Morton and E. W. Godwin, "Impact response of tough carbon fibre composites," *Composite Structures*, vol. 13, no. 1, pp. 1–19, Jan. 1989. Advanced composite.
- [107] R. A. D. da Cunha, R. D. da Cunha, W. F. de Amorim Junior, A. M. da Silva Dias, and R. C. S. Freire Júnior, "Study of an Intraply/Yarn Composite Submitted to Low-Velocity Impact in the Presence of High Void Content," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 30, no. 10, pp. 7523–7531, Jun. 2021

- [108] W. Wang, N. Chouw, K. Jayaraman. Effect of thickness on the impact resistance of flax fibre-reinforced polymer. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2016;35(17):1277-1289.
- [109] B. J. Blinzler, and W. K. Binienda. Macro-mechanical Approach to Modeling Barely Visible Damage in Braided Composites. *JOURNAL OF AEROSPACE ENGINEERING*. 2014.
- [110] J. H. S. Almeida Jr., L. St-Pierre, Z. Wang, M. L. Ribeiro, V. Tita, S. C. Amico, and S. G. P. Castro, "Design, modeling, optimization, manufacturing and testing of variable-angle filament-wound cylinders," *Composites Part B: Engineering*, vol. 225, pp. 109224, Nov. 15, 2021.
- [111] Z. Mahboob, I. El Sawi, R. Zdero, Z. Fawaz, and H. Bougherara, "Tensile and compressive damaged response in Flax fibre reinforced epoxy composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 92, pp. 118–133, Jan. 2017,
- [112] M.F. Ameer M, A. Hadj Djilani, R. Zitoune, K.V.J. Sheikh-Ahmad, L. Toubal, H. Bougherara. Experimental and numerical investigations of the damage induced while drilling flax/epoxy composite. *J Compos Mater* 2022; 56: 295–312.
- [113] W. S. Ekeoseye, K. Kolasangiani, D. C. D. Oguamanam, and H. Bougherara, "Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Flax/Glass/Epoxy Hybrid Composite Materials: An Experimental and Numerical Study," *Journal of Natural Fibers*, vol. 19, no. 11, pp. 4286–4300
- [114] S. Bennati, P. Fiscaro, and P. S. Valvo, "An enhanced beam-theory model of the mixed-mode bending (MMB) test—Part I: Literature review and mechanical model," *Meccanica*, vol. 48, no. 2, pp. 443–462, Jan. 2013.
- [115] S.S. Chee, M. Jawaid, M.T.H. Sultan, O.Y. Alothman, L.C. Abdullah, "Accelerated weathering and soil burial effects on colour, biodegradability and thermal properties of bamboo/kenaf/epoxy hybrid composites," *Polymer Testing*, vol. 79, pp. 106054, Oct. 2019.
- [116] L. Yan, N. Chouw, K. Jayaraman, "Effect of UV and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications," *Materials & Design*, vol. 71, pp. 17–25, 2015.
- [117] S.C. Das, A.D. La Rosa, S. Goutianos, S. Grammatikos, "Effect of accelerated weathering on the performance of natural fibre reinforced recyclable polymer composites and comparison

with conventional composites," *Composites Part C: Open Access*, vol. 12, no. October, pp. 100378, 2023.

[118] S.M. Saifuddin, D. Ariawan, A. Rasyid, M. Fadli, R. Mat Taib, M.Z.A. Thirmizir, Z.A.M. Ishak, "Accelerated weathering and water absorption behavior of kenaf fiber reinforced acrylic based polyester composites," *Sec. Polymeric and Composite Materials*, vol. 7, 2020.

[119] L. Yan, N. Chouw, K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites – a review," *Compos. Part B: Eng.*, vol. 56, no. 1, pp. 296–317, 2014.

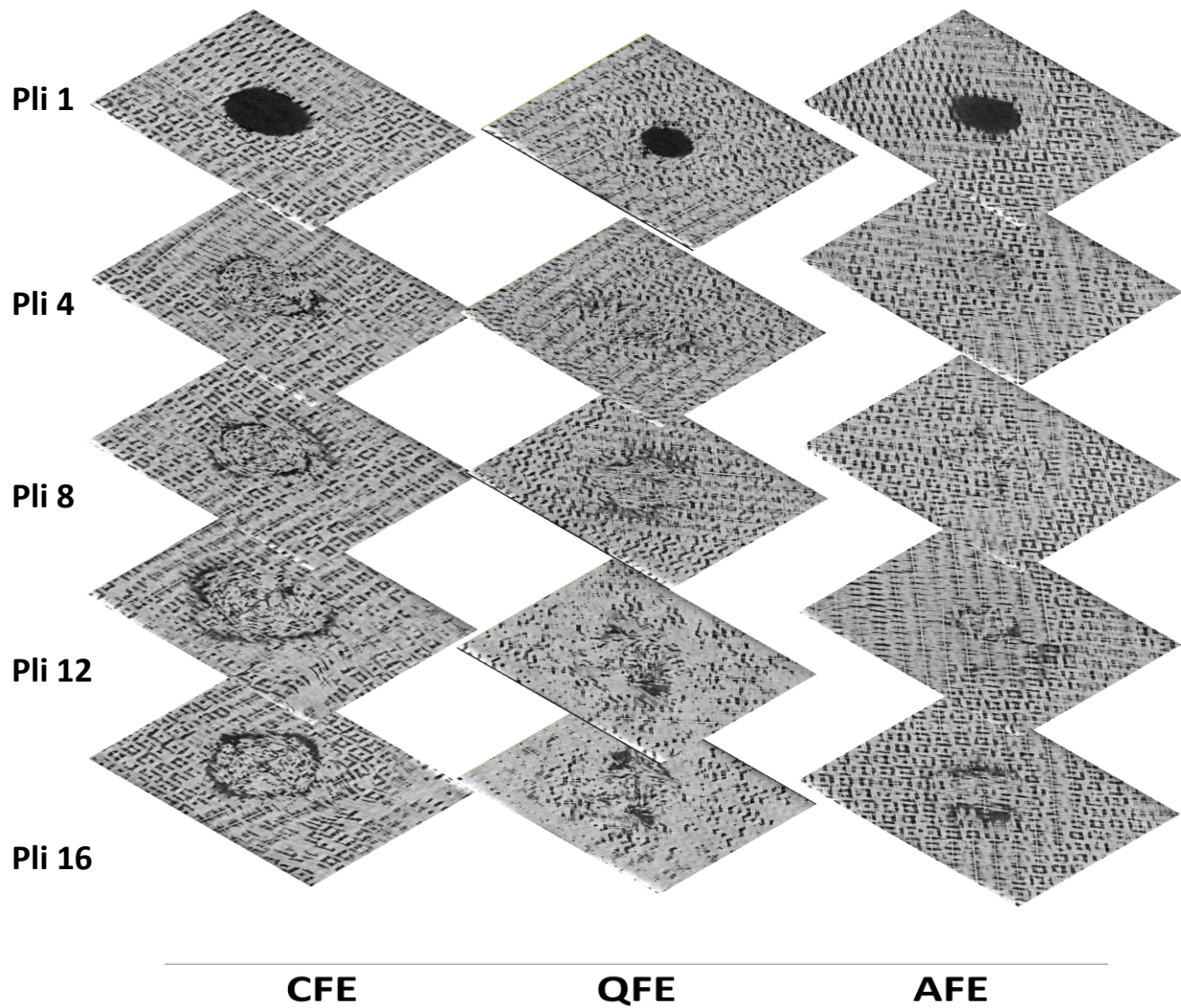
[120] A. Moudood, A. Rahman, A. Öchsner, M. Islam, G. Francucci, "Flax fiber and its composites: An overview of water and moisture absorption impact on their performance," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 38, no. 7, pp. 323–339, 2019.

[121] Y. Krittirash, M.R. Sanjay, P. Harikrishnan, S. Suchart, J. Parameswaranpillai, "Accelerated weathering studies of kenaf/sisal fiber fabric reinforced fully biobased hybrid bioepoxy composites for semi-structural applications: morphology, thermo-mechanical, water absorption behavior and surface hydrophobicity," *Construction and Building Materials*, vol. 235, pp. 117464, 2020.

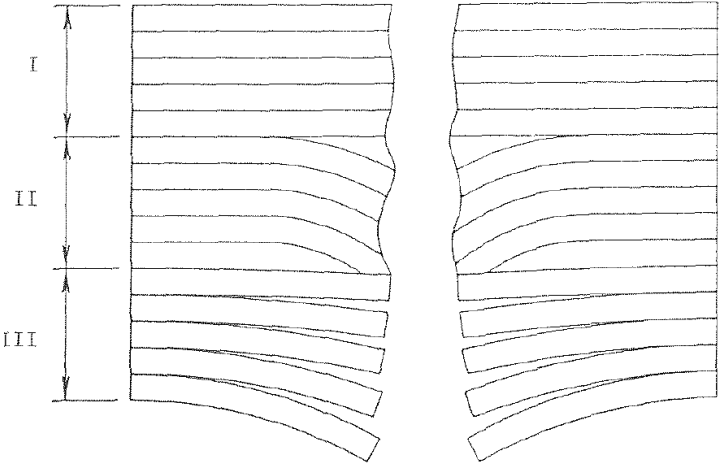
[122] M.D.H Beg, K.L Pickering, "Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 93, pp. 1939–1946, 2008.

[123] S. Abrate, "Impact on Laminated Composite Materials," *Applied Mechanics Reviews*, vol. 44, no. 4, pp. 155–190, Apr. 1991

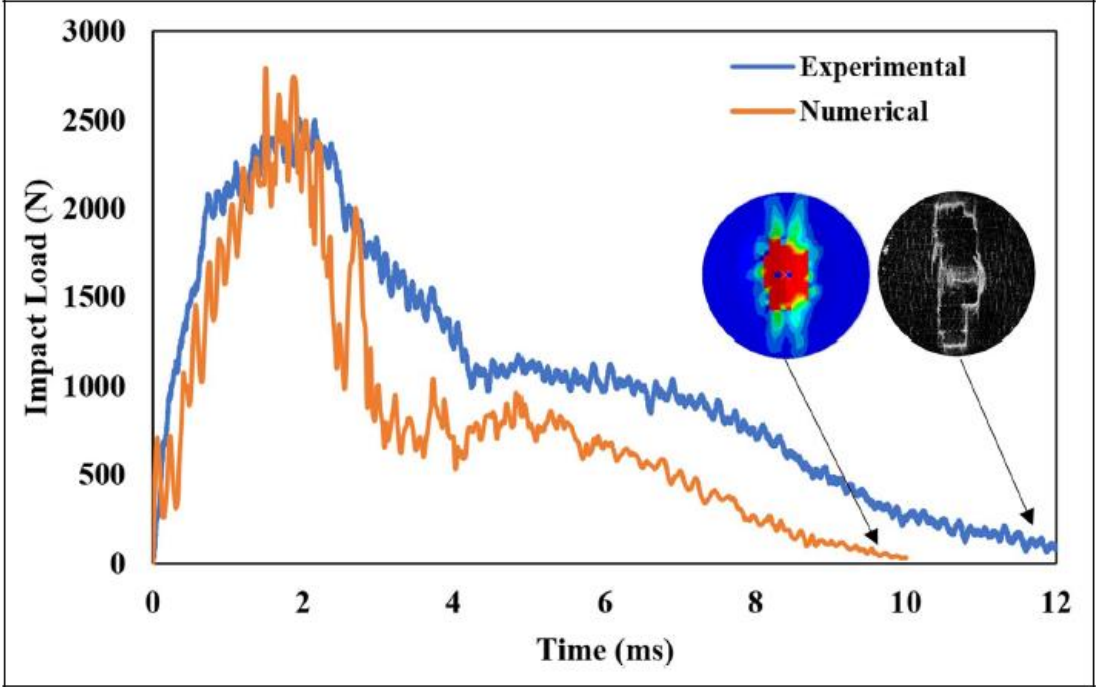
## ANNEXE 1 : Cartographie de l'endommagement observé par tomographie RX



**ANNEXE 2 : Différentes zones de rupture lors de la perforation d'une plaque stratifiée : région I, cisaillement des fibres ; région II, rupture des fibres en traction ; région III, rupture des fibres en traction et délaminage [123].**



**ANNEXE 3 : Comparaison de la résistance à l'impact pour la configuration UFE à une énergie d'impact 10 J [98].**



## **ANNEXE 4 : Calcul de l'énergie absorbée par l'échantillon impacté, mesurée à l'aide de la machine : Instron 3950**

### **1. Collecte des données :**

Lors de l'essai d'impact, enregistrez la force (F) et le déplacement ( $\delta$ ) correspondants à plusieurs points pendant l'événement d'impact.

Ces données sont généralement collectées automatiquement par la machine d'essai et peuvent être visualisées sous la forme d'une courbe force-déplacement.

### **2. Courbe Force-Déplacement :**

Tracez la force (F) en fonction du déplacement ( $\delta$ ) pour obtenir la courbe force-déplacement.

Cette courbe commence typiquement à l'origine (0,0), monte jusqu'à un pic, puis redescend lorsque l'impacteur rebondit ou que l'échantillon se casse.

### **3. Intégration Numérique :**

L'énergie absorbée est l'aire sous la courbe force-déplacement. Cela peut être calculé à l'aide de méthodes d'intégration numérique telles que la méthode des trapèzes ou la méthode de Simpson.

#### Intégration Numérique en Utilisant la Méthode des Trapèzes

La méthode des trapèzes approxime l'aire sous la courbe en la divisant en une série de trapèzes, en calculant l'aire de chaque trapèze, et en les sommant.

Étant donné une série de  $n$  points de données force-déplacement  $(\delta_0, F_0), (\delta_1, F_1), \dots, (\delta_n, F_n)$ , l'énergie absorbée  $W$  peut être calculée comme :

$$W = \sum_{i=1}^n \frac{1}{2} (F_{i-1} + F_i) (\delta_i - \delta_{i-1})$$



## ANNEXE 5 : Équations de Hertz

La loi de Hertz interprète la relation de la force de contact FFF avec l'indentation  $\alpha$  entre deux sphères élastiques isotropes, elle s'exprime par :

$$F = k_c \alpha^{1.5}$$

Où :

- F est la force de contact.
- $\alpha$  est l'indentation (ou la profondeur de pénétration).
- $k_c$  est une constante qui dépend des propriétés élastiques des matériaux et des géométries des surfaces en contact.

Pour la phase de chargement, la loi de contact elle est similaire à celle de Hertz :

$$F = k_c \alpha^{3/2}$$

$$K_c = \frac{4}{3} \frac{R^{1/2}}{\frac{(1 - \nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1 - \nu_p^2)}{E_p}}$$

Avec:

- $E_s, \nu_s$ : respectivement, module d'Young et coefficient de Poisson de l'impacteur;
- $E_p, \nu_p$ : respectivement, module de Young de la couche supérieure de la plaque et coefficient de Poisson de la plaque.
- R : la courbure relative définie en fonction des deux rayons de courbure  $R_s, R_p$  respectivement de la demi-sphère et la plaque par :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_s} + \frac{1}{R_p}$$

Cette loi de Hertz n'est valable que pendant la phase de chargement, c'est-à-dire jusqu'au moment où la force de contact FFF atteint son maximum.

Ensuite pendant la phase de décharge ou des indentations permanentes apparaissent :

$$F = F_m \left[ \frac{\alpha - \alpha_0}{\alpha_m - \alpha_0} \right]^q$$

$F$  et  $\alpha_m$  : Sont respectivement la force de contact et l'indentation maximales atteinte pendant le chargement.

$\alpha_0$  : Indentation permanente après décharge,  $q$  est déterminés par la méthode des moindres carrés et à une valeur entre 1.5 et 2.5.

## **ANNEXE 6: Article 1:**

**A. Hadj-Djilani, L. Toubal, H. Bouguerara, and R. Zitoune, "Investigating the Influence of High-Void Content on the Impact and Post-Impact Properties of Flax/Epoxy Composite Laminates with Different Stacking Configurations," Composite Structures, vol. 330, p. 117832, Feb. 2024, doi: 10.1016/j.compstruct.2023.117832.**



# Investigating the influence of High-Void content on the impact and Post-Impact properties of Flax/Epoxy composite laminates with different stacking configurations

Abdelhadi Hadj-Djilani <sup>a,b,c</sup>, Lotfi Toubal <sup>a,\*</sup>, Habiba Bouguerara <sup>b</sup>, Redouane Zitoune <sup>c,\*</sup>

<sup>a</sup> Innovations Institute in Ecomaterials, Ecoproducts and Ecoenergies, Department of Mechanical Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC, G8Z 4M3, Canada

<sup>b</sup> Department of Mechanical and Industrial Engineering, Ryerson University, Toronto, ON, M5B 2K3, Canada

<sup>c</sup> Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, University of Toulouse, Toulouse, France

## ARTICLE INFO

### Keywords:

Natural Fibers  
Impact  
Bending  
X-ray Tomography  
FE Analysis

## ABSTRACT

Defects in composite materials, such as voids, significantly impact their long-term performance and should be carefully considered in the design process of engineering structures. This study investigates the effects of high void content on the impact and post-impact properties of pure Flax/Epoxy (FE) composite laminates. Three main configurations, namely cross-ply (CFE), angle-ply FE (AFE), and quasi-isotropic FE (QFE), are examined using drop-weight impact and three-point bending tests. The results reveal distinct behavior among the configurations. The drop-weight impact test results show that the AFE configuration exhibits 3.5 % and 6.45 % higher impact resistance compared to CFE and QFE, respectively. To the increase of the impact energy to 15 J amplifies the differences to 9.31 % and 19.11 %. Also, post-impact flexion tests demonstrate a significant decline in flax composite resistance by 14 % for CFE, 26 % for QFE, and AFE. Furthermore, the overall impact and flexural properties of the FE composites are not significantly affected by the void content. However, it has a major impact on the damage mechanism that is inspected visually and through X-ray tomography, emphasizing the importance of considering the void content in the design and analysis of such flax composites. The proposed numerical model to predict the onset of damage and damage evolution in these composite materials under low velocity impact show a good agreement with the experimental results.

## 1. Introduction

The use of natural fibers as opposed to synthetic fibers in engineering applications has been the subject of increased interest due to the economic, technological, and ecological benefits that they offer. Natural fibers provide a renewable and often more sustainable resource and they also exhibit desirable mechanical properties suitable for various applications such as automotive, construction, and packaging industries [1–3].

Among the various natural fibres available for composite reinforcement, flax fibres have acquired popularity due to their accessibility and superior performance in terms of strength and stiffness per density compared to other natural fibres. The high strength-to-weight ratio of flax fibres makes them appropriate for lightweight and high-performance applications. [4–6].

However, it is important to note that the performance and durability of composite parts created with natural fibers are influenced by various factors including, specific pretreatments and adjustments in fiber length and volume fraction [7], manufacturing process (injection, thermo-compression, etc.) and the manufacturing parameters (curing temperature, pressure, process duration) [8,9]. One of the indicators that can provide us with insights into the quality of the manufacturing process is the void ratio [10–12].

Mehdikhani et al. [13] state that voids are the most studied defects during fiber-reinforced composite manufacturing. The importance of examining the void content of a composite is due to the fact that voids are prevalent and are typically challenging to manage in manufacturing processes such as hand lay-up. The research conducted by Francisco M. et al. [14,15] provides significant insights into void formation in composite materials. Their studies reveal that various factors in the

\* Corresponding authors.

E-mail addresses: [Lotfi.Toubal@uqtr.ca](mailto:Lotfi.Toubal@uqtr.ca) (L. Toubal), [redouane.zitoune@ut-tlse3.fr](mailto:redouane.zitoune@ut-tlse3.fr) (R. Zitoune).

<https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2023.117832>

Received 1 September 2023; Received in revised form 29 November 2023; Accepted 18 December 2023

Available online 20 December 2023

0263-8223/© 2023 Elsevier Ltd. All rights reserved.

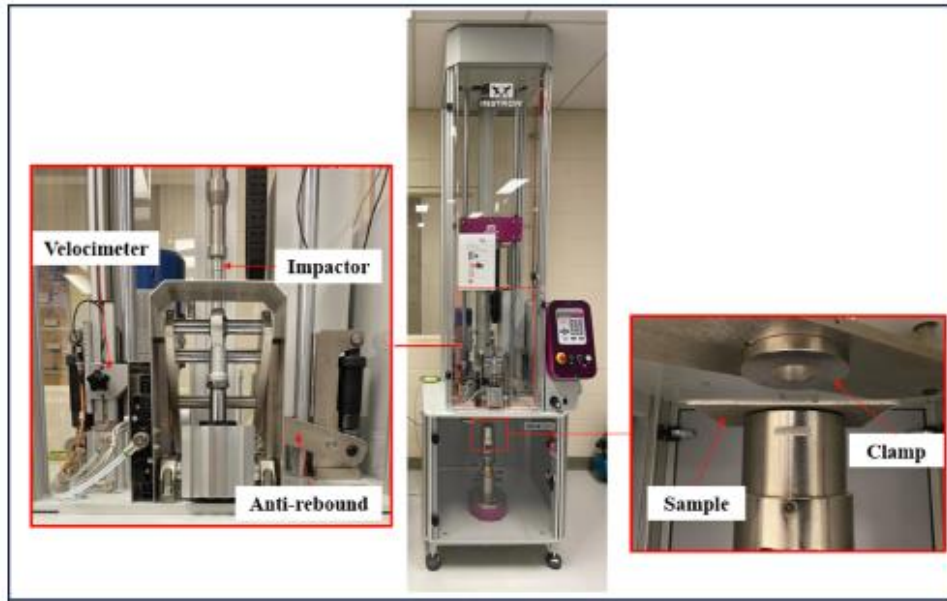


Fig. 1. Experimental test setup for drop-weight impact tester model "Instron 9350".

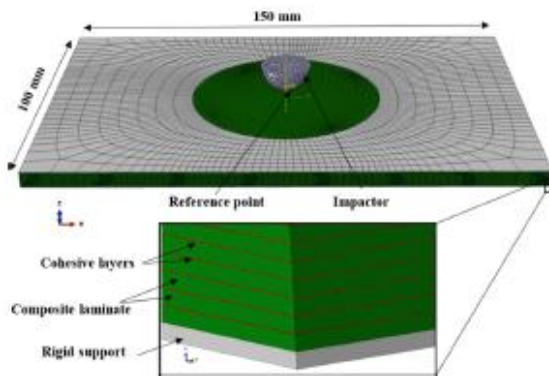


Fig. 2. Mesh and boundary condition specifications.

Table 1  
Mechanical properties of flax/epoxy composites [34–36].

Elastic properties					
$E_{11}$ (GPa)	$E_{22} = E_{33}$ (GPa)	$G_{12}$ (GPa)	$G_{13} = G_{23}$ (GPa)	$\nu_{12}$	$\nu_{13} = \nu_{23}$
31.42	5.58	1.85	1.3	0.36	0.06
Damage initiation (MPa)					
$X_T$	$X_C$	$Y_T$	$Y_C$	$S_L$	$S_T$
286.7	127.11	33.86	79.94	20.8	20.8
Density: 1500 Kg/m <sup>3</sup>					

manufacturing process, including stacking sequences and reinforcement architectures like plain weave, bidirectional noncrimp fabrics, and unidirectional fabrics, play a crucial role in the formation of micro-voids within the material. Moreover, the flow of resin during composite processing, as it interacts with these reinforcements, is a key determinant in the resulting void content, position, and morphology. This, in turn, has a direct impact on the overall quality of the finished laminate.

Additionally, larger composite parts tend to possess a greater number of voids, which can significantly impact the mechanical properties of the composite and may result in reduced structural integrity as well as increased susceptibility to damage and failure under loading [16–20].

Yan Li et al. [21] conducted a study on the relationship between voids (less than 5 %) and the mechanical properties of flax/epoxy composites. Their findings revealed that with an increase in void content, both the tensile strength and interlaminar shear strength decreased. However, they observed that Young's modulus remained constant throughout the study. In a separate study by Koushyar et al. [22], they observed an exponential decrease in the interlaminar shear strength (ILSS) of carbon fiber reinforced epoxy composites as the void content (VC) increased, ranging from 0 % to 24.6 %. Similarly, previous researchers [23,24] report on similar findings, with an emphasis on how pressure affects microstructure and mechanical properties. Indeed, Void content can decrease the strength of composite material, leading to reduced capacity and increased susceptibility to damage or failure. This occurs because voids act as stress concentrators, potentially causing cracks or delamination within the material. According to study of Da Cunha et al. on synthetic fibers [25], it has been observed that the impact resistance of the composite material is not significantly compromised by the presence of voids when exposed to low-velocity impacts. In other words, the material can still endure a certain level of impact energy, even if voids are present.

In addition to impact performance, the orientation and configuration of plies in the composite structure can also influence its response to impact. Sy et al. [26] investigated the impact behavior of unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates and found that the cross-ply laminate exhibited greater penetration threshold energy and impact toughness compared to the unidirectional laminate. Furthermore, S. Liang et al. [27] investigated the impact behavior of fabric flax/epoxy composites with different quasi-isotropic configurations. The residual properties have been assessed using a three-point bending test. It was found that the maximum deflection and the amount of energy absorbed both rise as the impact force increases. In addition, Benzadoun et al. [28], conducted post-impact tests on flax/epoxy using flexure after impact (FAI) comparing different fibre architectures and matrix

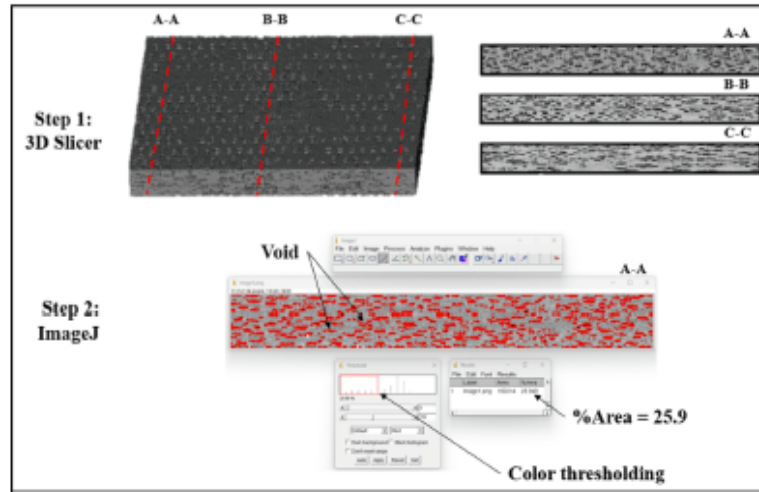


Fig. 3. Void assessment, with Step 1: reconstruction of the tomography images using 3D slicer software. Step 2: void calculation using ImageJ Software.

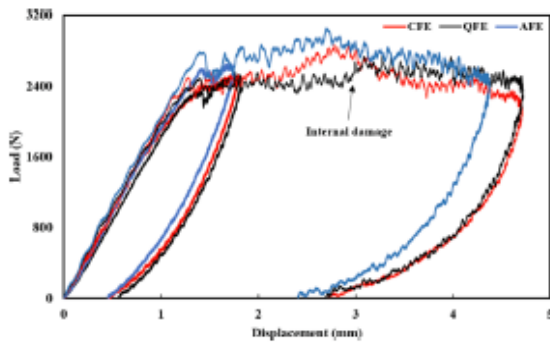


Fig. 4. A comparison of load-displacement curves of the different stacking orientations at 2.7 J, and 10 J of impact energy.

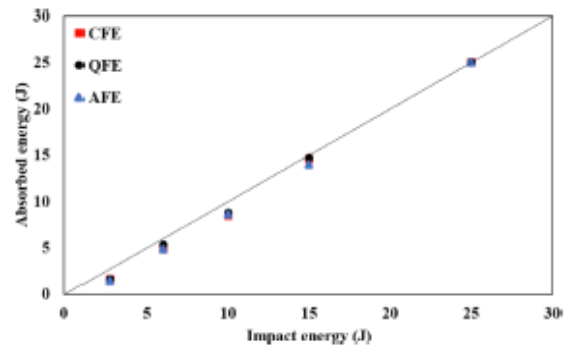


Fig. 6. Total energy versus time for the three configurations.

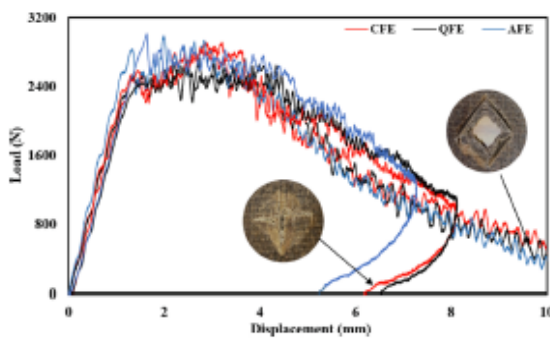


Fig. 5. A comparison of load-displacement curves of the different stacking orientations at 15 J and 25 J.

(thermoplastic and thermoset), and found that the percentage of decrease in flexural strength as a function of the damaged area has a linear correlation, which is independent of the matrix and the architecture.

This study focuses on exploring a notable gap in the literature

research regarding the impact resistance of natural fiber composites, especially those with a high void content (25 %). While voids in synthetic composites does not appear to affect their impact resistance, it's essential to verify if this holds true for natural fiber composites (flax/epoxy). The research also aims to evaluate their flexural strength, both pre- and post-impact, under various energy levels and stacking configurations. Additionally, a detailed numerical model has been created to support the experimental work. This model is developed to assess the load response under various conditions and to examine the different types of damage occurring throughout the material's thickness.

## 2. Experimental setup

### 2.1. Materials and specimens

Flax/epoxy composite plates consisting of 16 layers of prepreg flax/epoxy were manufactured using a compression molding process. The prepreg used was supplied by Lineo NV, Belgium, and characterized by an areal density of 180 g/m<sup>2</sup> and thickness of 0.26 mm. Three different stacking sequences were investigated, including a cross-ply configuration (CFE) [0/90]<sub>4s</sub>, a quasi-isotropic (QFE) [90/45/0/-45]<sub>2s</sub>, and an angle-ply configuration (AFE) [+45]<sub>16</sub>. The total thickness of each laminate was 4.16 mm. After the lay-up operation, the plates were cured for 1 h at 150 °C under 3 bars of pressure using a hydraulic press from

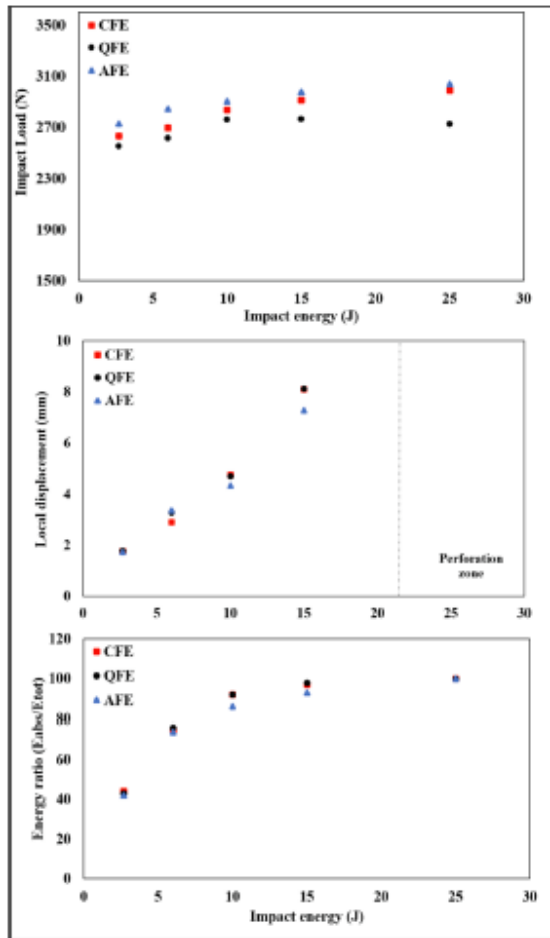


Fig. 7. Results obtained from the drop-weight impact tests on CFE, QFE and AFE composite laminates.

ENERPAC fitted with its heating platen. The temperature was raised gradually at a rate of 2 °C per minute. Following the curing process, specimens were precisely cut using abrasive water jet cutting to dimensions of 150 × 100 mm<sup>2</sup>, conforming to the guidelines stipulated by ASTM D7136 [29]. To ensure the reliability of our testing, an adequate number of specimens were prepared, allowing for three repetitions in all our subsequent tests.

## 2.2. Low-velocity impact test

To assess the efficacy of natural fiber composite materials under impact loading, low-velocity impact tests were conducted using an Instron 9350 impact machine (Fig. 1). The selected impact energies ranged from 2.7 J, which was the minimum energy level required to activate the anti-rebound system of the machine, to 25 J, which was determined to be sufficient for perforating the composite specimens based on preliminary tests and literature review data [26,30,36]. Impact load data was acquired through a data acquisition system (CEAST DAS 64 K) that was connected to the load cell of 20 kN and involved signal transformation to generate force data plotted against time and displacement. The experimental setup followed the guidelines of ASTM D7136 [29], employing a 16-mm-diameter hemispherical impactor. The

Table 2

Comparison of peak load at 10 J Impact Energy for Various Flax/Epoxy composites configurations: Current Study vs. Literature.

Studies	Impactor diameter	Material	Number of plies	Peak load (N) at 10 J of impact energy
Current study	16 mm	Cross ply Flax/epoxy	16	2835
		Angle ply Flax/epoxy		2904
		Quasi-iso Flax/epoxy		2758
Hadj Djilani et al. [36]	12.7 mm	Angle ply Flax/epoxy	16	2498
Sy et al. [38]	16 mm	UD Flax epoxy	16	2306
		Cross ply Flax/epoxy		2800
Liang et al. [27]	16 mm	UD Flax/epoxy	8	2750
		Quasi-Isotropic Flax/epoxy		892
A. Cyranet. [43]	14 mm	2/2 twill weave fabric	4	1090
		Flax/epoxy	6	1950
		Flax/epoxy	8	3000

machine automatically adjusts the drop height during testing to maintain a constant mass while increasing the impact energy.

## 2.3. Quasi-static bending tests

After the impact tests, the specimens were subjected to three-point bending loading following the ASTM standard D790 [31]. These experiments were conducted at room temperature using an Instron U150-LM electromechanical machine equipped with a 10 kN load cell. A fixed span length of 100 mm was employed, and a displacement rate of 2 mm/min was applied until the specimen reached failure. By subjecting the plates to a flexural loading, it was possible to effectively evaluate and measure changes in mechanical properties, including bending stiffness and strength, resulting from the impact event. Consequently, both pre- and post-impact tests were conducted. The selection of two energy levels (2.7 J and 10 J) was based on the available specimens and the severity of damage caused by the low-velocity impact.

## 2.4. X-ray micro-tomography measurements

To assess the type of damage (microcrack, void, delamination, etc.) and its extent, the impacted specimens were characterized using an X-ray tomography. Therefore, tomography RX test was carried out using an EasyTom 130 X-ray micro-tomograph. The specimens tested were exposed to radiation produced by an X-ray tube and rotated through 360° to obtain a sequence of 2D tomograms for a 3D reconstruction. The power supply voltage and current of the X-ray tube were set at 130 kV and 300 mA, respectively [32]. The scanner has a sealed micro-focus X-ray tube that has a spot size of 3 μm and a high-resolution flat panel detector with 1920 × 1536 pixels of 127 μm.

## 3. Numerical modeling

A finite element model was developed and implemented in ABAQUS/Explicit in order to simulate the impact behavior of the flax/epoxy composite laminate under different conditions (stacking sequence and velocity impact, cf. Fig. 2). Both a hemispherical impactor with a 16 mm diameter and a fixture's base were modeled as rigid parts. The motion of the impactor was governed by the motion of a single reference point, at which the boundary conditions of the impactor were defined. All degrees of freedom of the reference point were constrained, with the



Fig. 8. Visual damage on the front and back faces of impacted specimens at various energy levels.

exception of translation in the vertical direction. The base support was fixed in all directions, replicating experimental constraint conditions. The impact event was simulated by assigning an initial velocity to the impactor at the instant of contact. With the proposed model, the composite material is composed of sixteen layers of Flax/epoxy, and cohesive layers with 0.01 mm of thickness between them. Each layer of Flax/epoxy was meshed with a continuum shell element (SCSR), which is an 8-node quadrilateral in-plane continuum shell element. The thickness of each ply is 0.26 mm. The cohesive solid layers were meshed using COHSD8, which is an 8-node three-dimensional cohesive element, and have been encasted into the composite layers. Meshing the impactor in the simulation serves a crucial purpose. It enables a precise depiction of the contact and interaction between the impactor and the composite laminate, furthermore, it allows the application of appropriate boundary conditions and material properties. The friction coefficient between the impactor and the laminate was not determined experimentally. Consequently, a comprehensive investigation was carried out within the

numerical model, spanning a wide range of friction coefficient values from 0.05 to 0.6. The aim was to identify the most appropriate friction coefficient value that would enable an accurate replication of the experimental outputs. In the context of this specific study, a friction coefficient of 0.3 was selected.

Hashin's damage criterion was used in order to predict the onset of damage and damage evolution. This criterion considers fiber and matrix failure in tension and compression, as well as shear failure in fiber/matrix [33]. The basic mechanical properties as well as the tensile and compressive strengths of the flax/epoxy composite in longitudinal, transverse, and shear directions used for the numerical model are given in Table 1.

The constitutive law governing cohesive elements is based on a traction-separation relationship that correlates interface stress with local separation. The interlaminar properties utilized in this study were obtained from previous research on Flax/epoxy composites [37]. The range of interface stiffness was specifically chosen to be between 1012

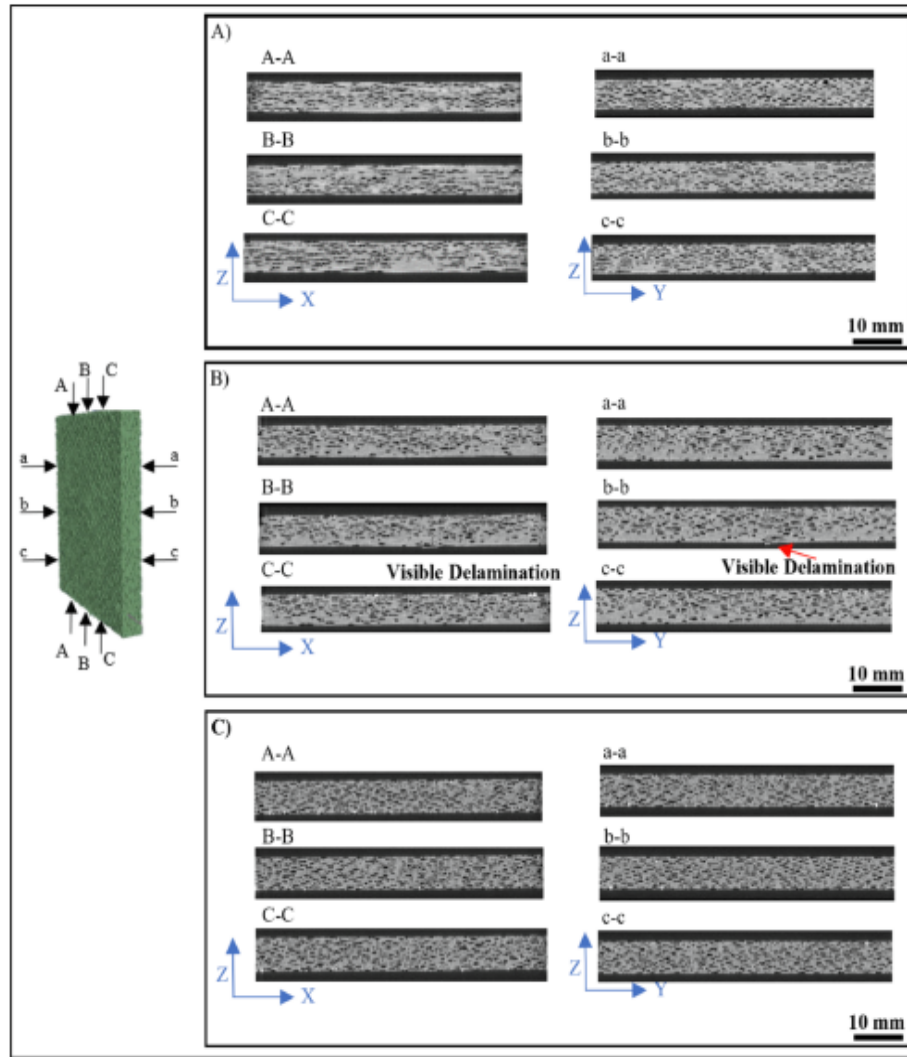


Fig. 9. Tomography analysis of the impact indentation at  $E_{imp} = 2.7 J$  for the three configurations with, A) CFE, B) QFE, C) AFE.

and  $1015 \text{ Nm}^{-3}$ , while the selected normal and shear interfacial strengths were set at 50–75 % of the resin's strength. The critical values of fracture toughness ( $G_{IC}$  and  $G_{IIC}$ ) were determined from the experimental results of the DCB and ENF tests mentioned in reference [37]. To simulate the interaction between the impactor and laminate, as well as the contact between the laminate and base support, the surface-to-surface contact feature available in ABAQUS/Explicit was employed. Tangential interaction between contacting surfaces was modeled using the Coulomb friction model, which relates the maximum allowable frictional shear stress across an interface ( $\tau_{max}$ ) to the normal contact pressure between the two bodies ( $P$ ) using the equation  $\tau_{max} = \mu P$ .

#### 4. Experimental results

##### • Void calculation using X-ray Tomography

In this study, we utilized the 3D slicer, an open-source software, for its capability to effectively analyze images obtained from the X-ray tomograph. The software enables us to perform various essential tasks,

including 3D reconstruction, segmentation, filtering, and masking, facilitating post-processing analysis. In order to determine the mean void content inside the material, three specific locations on the specimens were chosen and labeled as A-A, B-B, and C-C. The cross-sectional images obtained from these locations were then imported into the ImageJ program, allowing us to perform color thresholding in order to highlight void regions. The void ratio was determined by ImageJ through the calculation of the ratio between the void area and the total surface area, expressed as a percentage (% of void = (Void area / Total area) \* 100). The mean value of the void ratio was established by calculating the average across the three chosen cross-sections. The result yielded an average void content of 25 %, as seen in Fig. 3.

##### • Drop weight impact test

In this study, the flax/epoxy specimens were subjected to various impact energies, ranging from 2.7 J to 25 J, in order to assess the impact resistance of the three different configurations with the presence of a high void ratio. During the experiment, the mass remains constant while



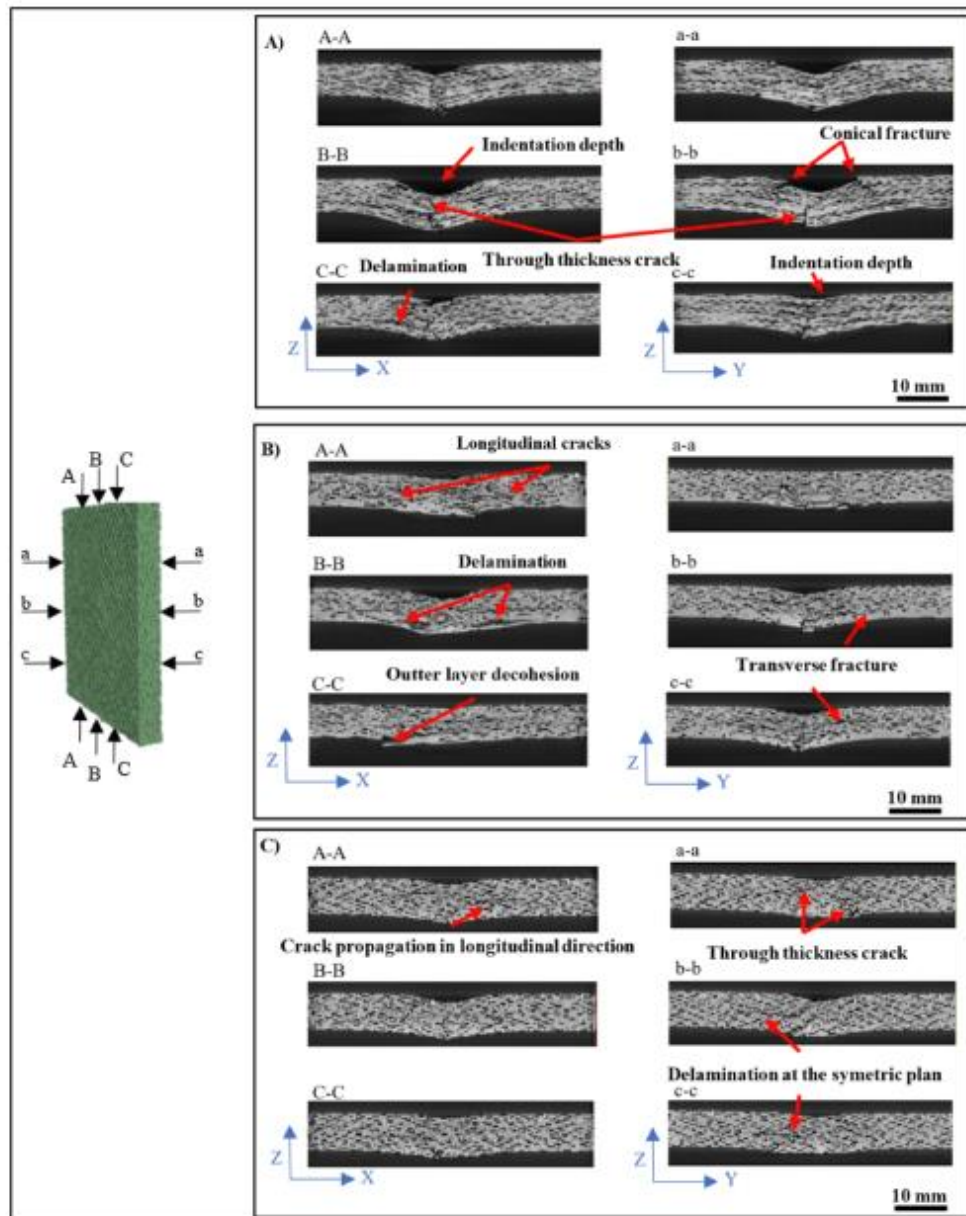


Fig. 10. Tomography analysis of the impact indentation at  $E_{imp} = 10 \text{ J}$  for the three configurations with, A) CFE, B) QFE, C) AFE.

the machine automatically calculates the desired height to provide the necessary impact energy. The representative load-displacement curves are shown in Fig. 4 and Fig. 5 for (2.7 J, 10 J) and (15 J, 25 J), respectively.

From 2.7 J to 10 J of impact loading, all the specimens showed a closed loop. The load-displacement curves for all configurations exhibited a consistent linear increase, indicating their elastic behavior. This trend persists until the occurrence of the initial drop, which marks the point of crack initiation resulting from delamination and matrix cracking. Significant disparity in the maximum impact load is evident between the different stacking orientations, while the AFE exhibited the highest impact load, followed by the CFE and QFE, respectively. Less

displacement is observed for the AFE samples due to their angle-ply structure, which limits the propagation of the cracks in one direction and therefore the damage propagation through the thickness of the laminate. At 15 J of impact energy (Fig. 5), a distinct curve shape with four different phases is noted. The first two stages behave similarly to previous energy levels, although the unloading phase is split into two sections. The first portion is distinguished by a gradual decrease in impact force with increasing displacement, while the second part is distinguished by a visco-elastic deformation of the material. Despite the fact that the specimens are not completely perforated, significant damage is inflicted on both the impacted and rear surfaces. All specimens are perforated at 25 J of impact energy (Fig. 5). The results from the low

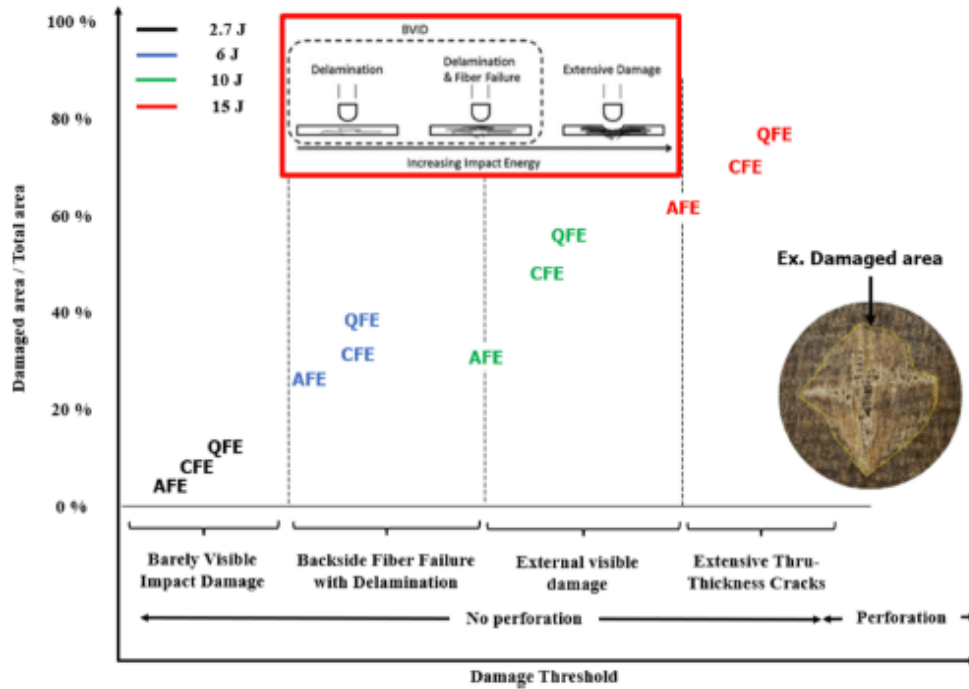


Fig. 11. Visual damage classification [40].

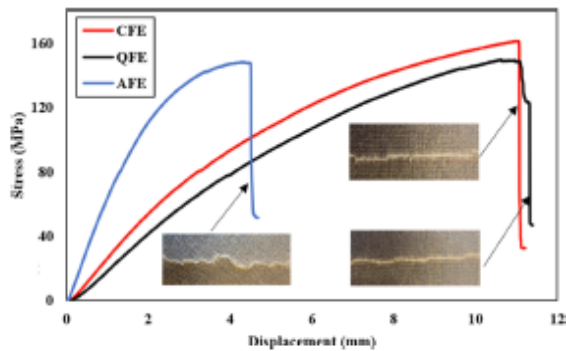


Fig. 12. Comparison between the stress/displacement curves for the non-impacted specimens before impact.

velocity impact tests were compared to a previous studies conducted on the impact behavior of flax/epoxy materials, as well as to relevant literature sources [27,36,38–43]. The differences in maximum force can be attributed to various induced failure modes, including matrix cracking, delamination, fiber breakage, and fiber splitting. The AFE configuration [ $\pm 45^\circ$ ] tends to withstand higher impact energies, as reported in the literature on synthetic fiber composite laminates [44,45]. Furthermore, it allows for a more effective distribution of impact forces across the material and impedes the direct path of cracks propagation, enhancing the material's overall resilience to impact. Upon this analysis, it was observed that the presence of voids did not have a significant impact on the loading experienced during the impact, aligning well with the findings reported by Da Cunha et al. [25]. This implies that the existence of voids does not noticeably affect the performance of the material under low-velocity impact conditions.

Fig. 6 depicts the total absorbed energy versus the impact energy for

the three configurations at different impact energies. The total energy is calculated by integrating the force versus displacement curve. At 2.7 J, 6 J, and 10 J, the total energy drops to a constant value when the force reaches its maximum value. This indicates that the rebound of the impactor occurred for all samples at these energy levels. The constant value at the end of each curve corresponds to the absorbed energy, which is the energy required to generate new surfaces inside the composite. The primary processes involved in energy absorption are fiber breakage, matrix cracking, delamination, and plastic deformation [39]. When the material's total energy absorption is equal to or greater than the impact energy, this means that the material has absorbed all of the energy and is therefore perforated [28]. For all the configurations, at lower energies (2.7 J, 6 J, and 10 J), the absorbed energy is 42–44 %, 74–76 %, and 86–92 %, respectively. However, at 15 J of impact energy, the perforation threshold is reached with 93 %, 97 %, and 98 % of absorbed energy for the AFE, CFE, and QFE, respectively. At 25 J, all the specimens are perforated. This final impact energy level serves as a crucial tool in discerning various damage mechanisms, owing to its ability to perforate all specimens. Fig. 7 summarizes impact data, including the related peak load, maximum displacement, and energy ratio ( $E_{abs}/E_{tot}$ ) values.

A peak load comparison between our current study and additional works of literature is presented in Table 2. Despite the presence of voids in our samples, our measured peak loads are largely equivalent to those reported in earlier studies, providing a compelling dimension to our research because the impact of these voids on the peak load under impact appears to be minimal.

• Visual damages mechanism analysis

Fig. 8 illustrates the post-impact damage on the front and back surfaces of the three configurations (CFE, QFE, and AFE) at varying impact energies. At all energy levels, the damage on the impacted face appears as a localized indentation area, with the diameter and depth evolving in

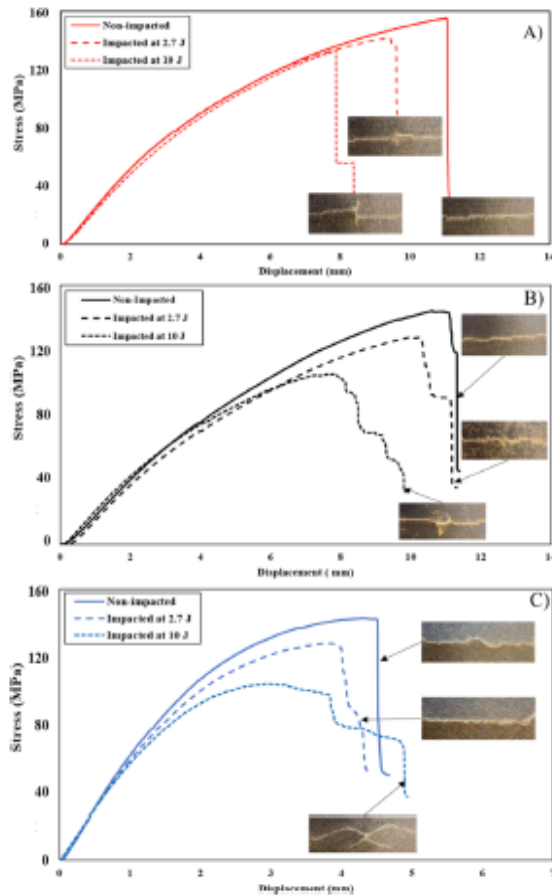


Fig. 13. Comparison between the stress/displacement curves at different impact energies for each configuration with, A) CFE, B) QFE, C) AFE.

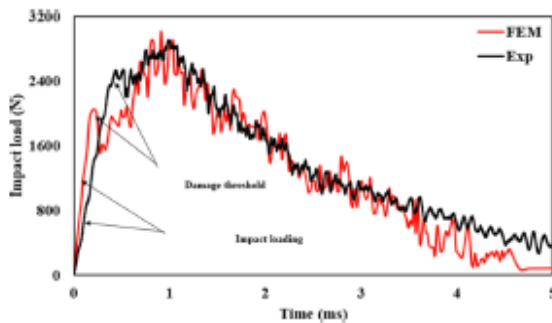


Fig. 14. Comparison of the numerical and experimental impact load.

accordance with the impact energy across all configurations. This observation aligns with patterns reported in the literature on low-velocity impacts on natural fibers [30,41,42]. On the specimen's back face, a surface crack is barely visible at 2.7 J of impact energy on the specimen and oriented in the outer ply direction. However, at 6 J and 10 J, a cross-shaped crack is seen on the CFE and AFE laminate configurations due to the cross lay-up, leading to the propagation of a secondary crack perpendicular to the primary one. The QFE configuration exhibits

triangular-shaped damage with significant surface delamination. The difference in damages between the three configurations is due to the failure mechanisms (matrix cracking, delamination, fiber breakage, and fiber splitting) that differ between the AFE, CFE, and QFE configurations.

• Internal damage by X-ray Tomography

Prior understanding of impact damage in composite materials informs us that when the impact energy threshold is exceeded, matrix fractures are formed from shear or tensile flexural stresses surrounding the indentation area, mainly in the front and rear face layers. Fig. 9 shows the X-ray tomography analysis of specimens impacted with 2.7 J. Interestingly, the results revealed that the damage was not significantly visible for the CFE and AFE samples. However, the QFE configuration exhibited relatively more visible damage, particularly on the back face of the impacted sample.

Extending our investigation, Fig. 10 provides us with the invaluable tomography images of the specimens impacted with a higher energy level of 10 J, captured in the XZ and YZ planes. Notably, these images offer valuable insights into the damage characteristics exhibited by different configurations, namely CFE, QFE, and AFE. Upon closer examination, it becomes evident that both the CFE and QFE configurations demonstrate the initiation of vertical cracks in the YZ cut, alongside longitudinal cracks in the XZ cut. Additionally, the QFE configuration exhibits noticeable delamination on its outer surface. Turning our attention to the through-thickness damages depicted in Fig. 10, the CFE configuration displays a conical-shaped crack, accompanied by delamination between the layers. Conversely, the QFE configuration showcases a more extensive delamination area on its lower surface, accompanied by observed occurrences of fiber pull-out and matrix cracks in the transverse direction. In contrast to the CFE and QFE configurations, the AFE configuration reveals fiber damage on its bottom surface and a prominent delamination situated within the symmetry plane of the specimen at the [-45/-45] interface. Intriguingly, this particular AFE configuration proves to be advantageous as it effectively limits crack development inside the sample.

The visual damage classification shown in Fig. 11 represents the conclusion of the damages observed visually and through X-ray micro-tomography, where we can distinguish the differences between the three configurations, while the AFE showed less damage at different impact levels. It's important to note that, compared to the literature results, the impact load is in good agreement, as discussed previously. However, the main difference remains in the visual damage analysis, where the presence of a high void in the specimen extends the crack. Indeed, when a crack propagates through a material, it typically follows a specific path. If there are voids present in the material, the crack can be influenced by these empty spaces. The voids can act as stress concentrators, causing the crack to deviate from its normal path and extend further than it would in a void-free material. Therefore, we are conducting a post-impact analysis to further investigate the effects of the void on crack propagation and to better understand the overall structural response at different stacking configurations.

• Damage tolerance – three-points bending: pre-and post-impact.

The purpose of the test was to investigate the remaining stiffness and strength of composite samples by varying the amount of impact energy. Specifically, two levels of impact energy, 2.7 J and 10 J, were used to assess the flexural resistance of a composite plate before and after impact. To compare the results, Fig. 12 displays the maximum stress and displacement for three different composite plate configurations prior to impact. The results show that the CFE plate configuration exhibited the highest resistance to impact, as evidenced by its maximum stress of 161 MPa and deflection of 11.27 mm. The QFE configuration followed closely behind, with a maximum stress of 149.58 MPa and a deflection of

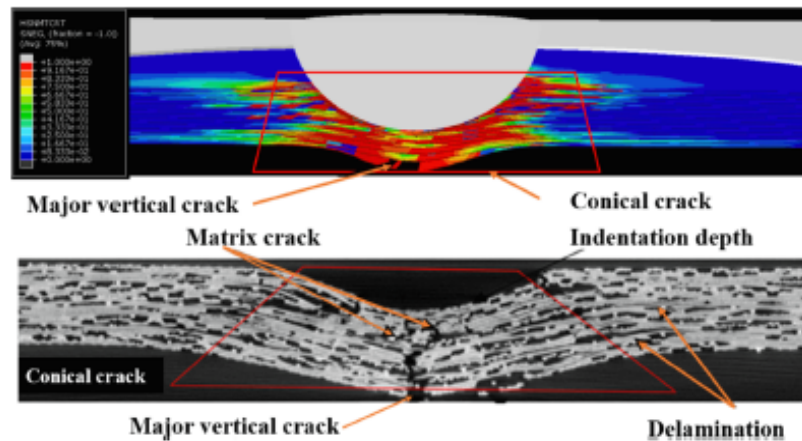


Fig. 15. Damage induced during impact loading by the impactor for the CFE configuration.

11.32 mm. The AFE configuration exhibited the lowest resistance, with a maximum stress of 148 MPa and a maximum deflection of 4.51 mm. These values correspond to maximum load values of 1753 N, 1627 N, and 1527 N for the CFE, QFE, and AFE configurations, respectively. For the non-impacted specimens, the breakage occurs in the center of the sample and is manifested by a central line that has linear patterns in the CFE configuration and staircase shape, as in the case of the QFE and AFE configurations. This is due to the fracture mode in the interface between the layers that differs from  $[0^\circ/45^\circ]$  to  $[0^\circ/90^\circ]$ . The primary factor contributing to the reduced displacement at failure of the angle-ply laminate ( $[\pm 45]_{16}$ ) is attributed to the orientation of its plies relative to the direction of support displacement. In contrast, cross-ply laminates like the  $[0/90]_{4s}$  and quasi-iso  $[90/45/0/-45]_{2s}$  configurations have both fibers aligned in a perpendicular direction. This arrangement offers balanced stiffness and strength along this axis. As a result, when subjected to flexural loads, these laminates can withstand higher resistance and exhibit greater displacement before failure. Specifically, in the  $[0/90]_{4s}$  laminate, there are at least eight plies oriented perpendicular to the bending direction. This perpendicular orientation is more effective in resisting bending forces, thus contributing to the laminate's enhanced flexural performance compared to the angle-ply configuration, where the fiber orientations are less optimal for resisting such loads.

In Fig. 13, the post-impact results for each specimen are presented. It is obvious that the bending stiffness of the specimens was significantly lowered by the residual damage caused by the impactor in the low-velocity impact. The maximum stress was reduced by 8% and 14% in the CFE setup when impacted by 2.7 J and 10 J, respectively. Comparatively, the QFE and AFE configurations experienced even greater reductions in maximum stress, ranging from 11% to 27% at 2.7 J and 10 J, respectively. This observation aligns with the findings of Benzadoun et al. [28], who also reported a 12% decrease in maximum stress for the CFE configuration. This is due to the occurrence of residual damage in the form of vertical and longitudinal cracks, conical fractures through the thickness, and outer layer delamination reported at 10 J of impact energy, resulting in a decrease in bending stiffness. Unlike the CFE and QFE configurations, the AFE showed less displacement at failure. Damage initiation is seen earlier in samples that have been impacted with 2.7 J and 10 J, attributed to an existing crack in the sample's center. AFE samples display a more significant level of damage, which arises from the presence of a crack oriented at  $\pm 45^\circ$ . For the samples with a CFE and QFE orientation, the damage from bending typically starts at the center of the part and follows the course of the pre-existing crack. In these CFE and QFE-oriented samples, the crack spreads in a direction perpendicular to the fiber, aligned with the displacement of the rigid supports.

## 5. Numerical results

This section presents the results of a drop-weight impact test conducted on a CFE laminate with an energy of 10 J and compared with experimental data. To determine the appropriate mesh size, a convergence study was performed using three different total numbers of elements (50168, 89144, and 180561). By increasing the total number of elements in the mesh, finer details of the laminate structure and the impact event can be captured more effectively. Fig. 14 illustrates a comparison between the experimental and numerical results, specifically focusing on the load-time curves and damage to the front face at the conclusion of the test. This comparison demonstrates a strong correlation between the generated finite element model and the experimental findings. By visually capturing and highlighting the conical damage through X-ray tomography, Fig. 15 enables a comprehensive understanding of the internal damage distribution and its relationship to the applied load. This information is crucial for evaluating the structural integrity of the material and optimizing its design to enhance impact resistance and durability.

## 6. Conclusion

An experimental and numerical investigation was conducted to analyze the low-velocity impact behavior of three configurations: CFE, QFE, and AFE. The investigation involved drop-weight impact tests, visual inspection, microscopic inspection, and three-point bending after impact tests. The low-velocity impact results indicated that the AFE configuration exhibited the highest impact load, while the CFE and QFE configurations followed in decreasing order. This trend was consistently observed across a range of impact energies, from 2.7 J to 25 J. Additionally, the absorbed energy values revealed that, at an impact energy of 15 J, the specimens approached the threshold for perforation.

- The experimental low-velocity impact results demonstrated that the presence of voids in the composite material did not significantly affect the impact results, aligning with the literature findings. However, the primary effect was observed in the formation of the damage mechanism. Despite the samples having similar porosity rates, the QFE configuration exhibited substantially higher levels of delamination in comparison to the other configurations.
- X-ray observations unveiled a concentration of crack damage at the center of the impacted area, which then extended towards the interior layers, particularly in the vicinity of the impacted area (the back face of the specimen). The fracture mechanisms identified encompassed delamination, matrix damage, and fiber shear-out.

- Despite the superior performance of the AFE configuration, the results of the three-point bending test revealed that the maximum load observed can be attributed to the CFE configuration, which exhibited notable resistance. The QFE configuration followed, and the AFE configuration exhibited the lowest maximum load. Furthermore, the post-impact flexion demonstrated a significant decrease in composite resistance, with the CFE experiencing a 14 % drop, while the QFE and AFE configurations experienced a more substantial decrease of 26 %.
- The proposed finite element model accurately simulated the impact event of a pure flax/epoxy composite, demonstrating excellent agreement with experimental data.

#### ORCID iD authorship contribution statement

Abdelhadi Hadj-Djilani: Data curation, Investigation, Visualization, Writing – original draft. Lotfi Toubal: Conceptualization, Funding acquisition, Methodology, Project administration, Resources, Supervision, Writing – original draft, Writing – review & editing. Habiba Bouguerara: Conceptualization, Formal analysis, Funding acquisition, Validation, Writing – review & editing. Redouane Zitouni: Conceptualization, Formal analysis, Resources, Supervision, Writing – review & editing.

#### Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

#### Data availability

Data will be made available on request.

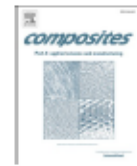
#### References

- [1] Baley C, Bourmaud A, Davies P. Eighty years of composites reinforced by flax fibres: A historical review. *Composite part A: Applied Science and Manufacturing* 2021;144:106333.
- [2] Baley C, Gossina M, Breaud JJ, Bourmaud A, Davies Peter. Variability of mechanical properties of flax fibres for composite reinforcement. A review. *Industrial Crops and Products*. 2020;145.
- [3] Yan L, Chow N, Jayaraman K. Flax fibre and its composites – A review. *Compos B Eng* 2014;56:296–317.
- [4] Richely E, Bourmaud A, Placet V, Guessasma S, Beaupre J. A critical review of the ultrastructure, mechanics and modelling of flax fibres and their defects. *Prog Mater Sci* 2022;124:100851.
- [5] Le Duigou A, Davies P, Baley C. Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement. *J Biobased Mater Bioenergy* 2011;5:153–65.
- [6] Malik K, Ahmad F, Gunister E, Nakato T, Mouri E, Muhammad MB, Ali S. A review of flax fiber reinforced thermoset polymer composites: Structure and mechanical performance. *Journal of Natural Fibers*. 2022;19(14):9656–80.
- [7] da Silva HSP, Omaghi HL, Almeida Jr JHS, Amico SC. Mechanical behavior and correlation between dynamic fragility and dynamic mechanical properties of curaua fiber composites. *Polym Compos* 2014;35:1078–86.
- [8] El Sawi I, Bouguerara H, Zitouni R, Fawaz Z. *J Biobased Mater Bioenergy* 2014;8(1):69–76.
- [9] Lotfi A, Li H, Dao DV, Prusty G. Natural fiber-reinforced composites: A review on material, manufacturing, and machinability. *J Thermoplast Compos Mater* 2021;34(2):238–84.
- [10] Ismail AS, Jawaid M, Hamid NH, Yahaya R, Sain M, Sarmin SN. Dimensional stability, density, void and mechanical properties of flax fabrics reinforced bio-phenolic/epoxy composites. *J Ind Text* 2022;52.
- [11] Meola C, Carlomagno GM. Infrared thermography to evaluate impact damage in glass/epoxy with manufacturing defects. *Int J Impact Eng* 2014;67:1–11.
- [12] Madsen B, Thygesen A, Lilholt H. Plant fibre composites – porosity and volumetric interaction. *Compos Sci Technol* 2007;67(7–8):1584–600.
- [13] Mehdi khani M, Gorbati kh L, Verpoest I, Lomov SV. Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance. *J Compos Mater* 2019;53(12):1579–669.
- [14] Monticelli FM, Almeida JHS, Neves RM, Omaghi FG, Omaghi HL. On the 3D void formation of hybrid carbon/glass fiber composite laminates: A statistical approach. *Compos A Appl Sci Manuf* 2020.
- [15] Monticelli FM, Almeida JHS, Neves RM, Omaghi HL, Trochu F. The influence of fabric architecture on impregnation behavior and void formation: Artificial neural network and statistical-based analysis. *Polym Compos* 2022;43(5):2812–23.
- [16] Di Landro L, Montalto A, Bettini P, Guerra S, Montagnoli F, Rigamonti M. Detection of voids in carbon/epoxy laminates and their influence on mechanical properties. *Polym Polym Compos* 2017;25(5):371–80.
- [17] Aratama S, Hashizume R, Takenaka K, Koga K, Tsunuma Y, Miyake T, et al. Microscopic observation of voids and transverse crack initiation in CFRP laminates. *Adv Compos Mater* 2016;25:115–30.
- [18] Amirhosravi M, Pishvar M, Altan MC. Improving laminate quality in wet lay-up/vacuum bag processes by magnet assisted composite manufacturing (MACM). *Compos A Appl Sci Manuf* July 2017;98:227–37.
- [19] Pishvar M, Amirhosravi M, Altan MC. Magnet assisted composite manufacturing: A novel fabrication technique for high quality composite laminates. *Polym Compos* 2019;40(1):159–69.
- [20] Jiang W, Huang Z, Wang Y, Zheng B, Zhou H. Voids formation and their effects on mechanical properties in thermofomed carbon fiber fabric-reinforced composites. *Polym Compos* 2018;40(82).
- [21] Li Y, Li Q, Ma H. The voids formation mechanisms and their effect of the mechanical properties of the flax fiber reinforced epoxy composites. *Compos A* 2015;72:40–8.
- [22] Koushyar H, Alavi-Soltani S, Minaie B, Violette M. Effects of variation in autoclave pressure, temperature, and vacuum application time on porosity and mechanical properties of a carbon fiber/epoxy composite. *J Compos Mater* 2011;46(16):1985–2004.
- [23] Landro LD, Montalto A, Bettini P, Guerra S, Montagnoli F, Rigamonti M. Detection of voids in carbon/epoxy laminates and their influence on mechanical properties. *Polym Polym Compos* 2017;25(5):pp.
- [24] Baghad A, El Mabeouk K. Vacuum-pressure effects on microstructure and mechanical properties of autoclaved epoxy/carbon composite laminates. *Iran Polym J* 2022;31:1237–46.
- [25] Da Cunha RAD, da Cunha RD, de Amorim Junior WF, et al. Study of an intraply/yarn composite submitted to low-velocity impact in the presence of high void content. *J of Mater Eng and Perform* 2021;30:7523–31.
- [26] Sy BL, Fawaz Z, Bouguerara H. Damage evolution in unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates subjected to low velocity impact loading. *Composite Part A* 2018;112:452–67.
- [27] Liang S, Guillaumat L, Guing PB. Impact behaviour of flax/epoxy composite plates. *Int J Impact Eng* 2015;80:56–64.
- [28] Bensadoun F, Depuydt D, Baets J, Verpoest I, van Vuure AW. Low velocity impact properties of flax composites. *Compos Struct* 2017;176:933–44.
- [29] ASTM D7136: Standard Test Method for Measuring the Damage Resistance of a Fiber Reinforced Polymer Matrix Composite to a Drop-Weight Impact Event.
- [30] Cuny A, Scida D, Roux É, Toussaint F, Ayad R, Lagache M. Damage characterisation of flax fibre fabric reinforced epoxy composites during low velocity impacts using high-speed imaging and Stereo Image Correlation. *Composite structure* 2018;202:1186–94.
- [31] ASTM D790: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.
- [32] Djabali A, Toubal I, Zitouni R, Rechak S. Fatigue damage evolution in thick composite laminates: Combination of X-ray tomography, acoustic emission and digital image correlation. *Compos Sci Technol* 2019;183(20):107815.
- [33] Almeida Jr JHS, St-Pierre L, Wang Z, Ribeiro ML, Tita V, Amico SC, Castro SGP. Design, modeling, optimization, manufacturing and testing of variable-angle filament-wound cylinders. *Composites Part B: Engineering*. 2021;225(15):109224.
- [34] Mahboob Z, El Sawi I, Zdero R, et al. Tensile and compressive damaged response in Flax fiber reinforced epoxy composites. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2017;92:118–33.
- [35] Ameur M, Hadj Djilani A, Zitouni R, et al. Experimental and numerical investigations of the damage induced while drilling flax/epoxy composite. *J Compos Mater* 2022;56:295–312.
- [36] A. Hadj Djilani, A. Kioua, I. Toubal, R. Zitouni, H. Bouguerara. Exploring the Flexural and Impact Properties of Pure Flax/Epoxy and Kevlar/Flax/Epoxy Composites through Experimental and Numerical Analysis, Part I: Journal of Materials: Design and Applications.
- [37] Ekeoseye WS, Kolasangiani K, Oguamanam DC, et al. Mode II interlaminar fracture toughness of flax/glass/epoxy hybrid composite materials: An experimental and numerical study. *J Nat Fibers* 2022;19(11):4286–300.
- [38] Sy BL, Fawaz Z, Bouguerara H. Numerical simulation correlating the low velocity impact behaviour of flax/epoxy laminates. *Compos A Appl Sci Manuf* 2019;126:105582.
- [39] Revandi M, Teo WS, Tran LQN, Yong MS, Tay TE. Low velocity impact performance of stitched flax/epoxy composite laminates. *Composite part B* 2017;117:89–100.
- [40] Blinzler BJ, Binienda WK. Macro-mechanical approach to modeling barely visible damage in braided composites. *J Aerosp Eng* 2014.
- [41] Lebaupin Y, Hoang T-Q-T, Chauvin M, Touchard F. Influence of the stacking sequence on the low-energy impact resistance of flax/PA11 composite. *J Compos Mater* 2019;53(22):3187–98.
- [42] Wang W, Chow N, Jayaraman K. Effect of thickness on the impact resistance of flax fibre-reinforced polymer. *J Reinf Plast Compos* 2016;35(17):1277–89.

- [43] Cuyvet A. Etude du comportement mécanique à l'impact et en post impact de matériaux composites à fibres végétales. University of Grenoble Alpes; 2018. PhD Thesis.
- [44] Massaq A. "Caractérisation mécanique d'un matériau composite en tissu de verre et matrice polyamide 6 sous différents types de chargement dynamique",
- Caractérisation mécanique d'un matériau composite en tissu de verre et matrice polyamide 6 sous différents types de chargement dynamique -. Université de Lorraine; 2018.
- [45] Morton J, Godwin EW. Impact response of tough carbon fibre composites. *Composite Structures*. 1989;13(1):1–19. Advanced composite.

## **ANNEXE 7 : Article 2**

**A. Hadj-Djilani, H. Bougherara, R. Zitoune, and L. Toubal, “Assessing the impact of accelerated weathering on the mechanical properties of a flax/epoxy composite: A study on tensile performance and drop-weight impact,” *Composites. Part a, Applied Science and Manufacturing*, p. 108277, May 2024, doi: 10.1016/j.compositesa.2024.108277.**



## Assessing the impact of accelerated weathering on the mechanical properties of a flax/epoxy composite: A study on tensile performance and drop-weight impact

Abdelhadi Hadj-Djilani <sup>a,b</sup>, Habiba Bougherara <sup>b</sup>, Redouane Zitoune <sup>c</sup>, Lotfi Toubal <sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Innovations Institute in Ecomaterials, Ecoproducts and Ecenergies, Department of Mechanical Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G8Z 4M3, Canada

<sup>b</sup> Department of Mechanical and Industrial Engineering, Toronto Metropolitan University, Toronto, ON M5B 2K3, Canada

<sup>c</sup> Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, University of Toulouse, Toulouse, France

### ARTICLE INFO

#### Keywords:

Natural fibres  
Mechanical testing  
Impact behaviour  
Environmental degradation

### ABSTRACT

This study examined how UV exposure and humidity (accelerated weathering) affect flax/epoxy composites. Three configurations (unidirectional, cross-ply, and quasi-isotropic) were aged for 1200 h. Tensile and impact tests revealed significant property degradation in all configurations. Tensile strength, modulus, and strain all decreased after aging. Young's modulus dropped by 8–11.5%, stress by 12.2–18%, and strain by 10–18.59%. Impact tests showed a decrease in tolerated impact load (6–10%) but an increase in absorbed energy (7–12%). This suggests more surface damage after aging. These results highlight the substantial influence of environmental factors on the long-term performance of flax/epoxy composites.

### 1. Introduction

Natural fibre composites have emerged as a promising alternative to conventional synthetic composites for various industrial applications due to their sustainable and environmentally friendly characteristics [1–3]. Among these natural fibres, flax fibres have gained considerable attention for their excellent mechanical properties, reduced carbon footprint, affordability, and biodegradability. One of the primary reasons behind the robust mechanical properties of flax fibres is their intrinsic constituents. Their primary components include cellulose, hemicellulose, wax, lignin, and pectin. Notably, cellulose, hemicellulose, and lignin play pivotal roles in determining the physical attributes of these fibres. Cellulose is the stiffest and most robust organic component in flax fibres [4]. When combined with epoxy resin, a commonly used matrix material, flax/epoxy composites have a high mechanical strength, are lightweight, and are ecologically sustainable [4–7]. However, one crucial aspect that needs careful consideration when using natural fibre composites in applications is their long-term durability, especially when exposed to environmental factors, such as ultraviolet (UV) radiation and moisture [8–10]. Over time, exposure to UV radiation and moisture can cause a considerable reduction in the mechanical properties [11–14]. This is even more important considering the low

lignin content in flax fibres. Lignin plays an essential role in UV resistance as a natural inhibitor by absorbing UV rays, thus reducing their impact on composite properties [10,15,16].

For lignocellulose fibres, such as flax, aging or degradation occurs due to UV radiation absorption by lignin, the formation of quinoid structures, Norrish reactions, and reactions of photo-yellowing that occur in lignin [15]. Furthermore, due to the presence of hydroxyl groups on their surface, flax fibres are inherently hydrophilic. This characteristic provides higher moisture absorption capabilities, which can accelerate hemicellulose degradation [17,18]. However, when exposed to moisture, the epoxy resin may undergo chain crosslinking, making it brittle or reducing its strength due to chain scission. Both scenarios detrimentally affect the epoxy's tensile strength and stiffness. In addition, elevated temperatures can further exacerbate the deterioration of epoxy resins [19]. Considering these elements, conducting comprehensive testing on these flax/epoxy composites remains essential for their intended prolonged application. However, testing them over very long periods, such as years, is impractical and can slow product development. That is why using accelerated weathering methods, which simulate long-term degradation in a shorter period, is an appropriate approach. The advantage of accelerated aging tests is their ability to replicate (in weeks) the degradation of biocomposites

\* Corresponding author.

E-mail address: [Lotfi.Toubal@uqtr.ca](mailto:Lotfi.Toubal@uqtr.ca) (L. Toubal).

<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2024.108277>

Received 25 March 2024; Received in revised form 6 May 2024; Accepted 19 May 2024

Available online 21 May 2024

1359-835X/© 2024 Elsevier Ltd. All rights are reserved, including those for text and data mining, AI training, and similar technologies.



that typically takes place outdoors over some months or years. Furthermore, through accelerated aging chambers, the contribution of each factor (humidity, UV, etc.) to degradation mechanisms can be evaluated and quantified. Temperatures and UV irradiation induce photo-oxidation in biocomposites, resulting in discoloration, increased surface roughness, mass loss, and degradation of mechanical properties.

L. Yan et al. [13] examined the durability of epoxy composites reinforced with flax fabric under a hybrid cycle of UV and humidity. They observed a degradation in both tensile and flexural properties after 1500 h of exposure. In a similar study, S.C. Das et al. [20] investigated the effects of accelerated weathering on natural fibre-reinforced recyclable polymer composites compared to glass fibre composites. They revealed discoloration due to photo-degradation of the fibres and the polymer matrix via SEM, significantly affecting the flexural properties. Additionally, flax composites showed a significant decrease in mechanical properties compared to glass composites, which was attributed to their moisture sensitivity. K. Senthilkumar [21] explored the effects of accelerated weathering using UV irradiation and water spray on pure sisal, hemp, and hybrid sisal/hemp (HSSH and HSHS) composites. The results indicated a reduction in tensile and flexural strengths for the weathered samples, with the hybrid configurations HSSH and HSHS showing decreases of 7 % and 13 % in tensile strength and 25 % and 26 % in flexural strength, respectively. However, the impact resistance of the weathered specimens increased compared to their non-weathered counterparts, absorbing more energy. Similarly, M.S. Islam et al. [18] noted that accelerated weathering decreases the mechanical properties of hemp fibre-reinforced epoxy composites. The same trend was observed in several other studies [8,19,22–24]. In addition to tensile and flexural tests, it is crucial to consider the implications of low-velocity impacts [25–28] under UV exposure, which can be amplified by these weathering processes. Low-velocity impacts on composites, especially those already compromised by environmental factors, can introduce delamination, matrix cracking, and fibre failure, which can often be difficult to detect visually but can considerably reduce structural integrity [29].

Many studies have investigated the effects of weathering on tensile and flexural properties, but the effects on low-velocity impact resistance have received less attention. Understanding how these composites withstand low-velocity impacts after exposure to environmental factors is crucial for comprehensively assessing their structural integrity and suitability for long-term use. Our study aimed to address this critical gap by thoroughly analyzing the mechanical properties of weathered flax/epoxy composites under tensile loads and low-velocity impact conditions combined with insights from FTIR and SEM observations.

## 2. Experimental setup and procedure

### 2.1. Materials and specimens

Composite plates consisting of 16 flax/epoxy prepreg layers were manufactured using compression moulding (hot press). The prepreg used was supplied by Lineo NV (Belgium) and was characterized by an areal density of 150 g/m<sup>2</sup>. Three different stacking sequences were investigated in this study: unidirectional (UPE) [0]<sub>16</sub>, cross-ply (CPE) [0/90]<sub>4</sub>, and a quasi-isotropic (QPE) [90/45/0/-45]<sub>2</sub> configurations. The average thickness of each plate was around 3.47 mm. The curing cycle is shown in Fig. 1.

Following the curing process, specimens for tensile testing were precisely cut into dimensions of 150 × 20 mm<sup>2</sup> using abrasive water jet cutting method, conforming to the guidelines stipulated by ASTM D3039 [30]. Impact specimens were cut into 51 × 51 mm<sup>2</sup> per the ASTM D5628 standard [31].

### 2.2. Accelerated weathering

The Accelerated Weathering Tester – Model QUV/oe by Q-Lab

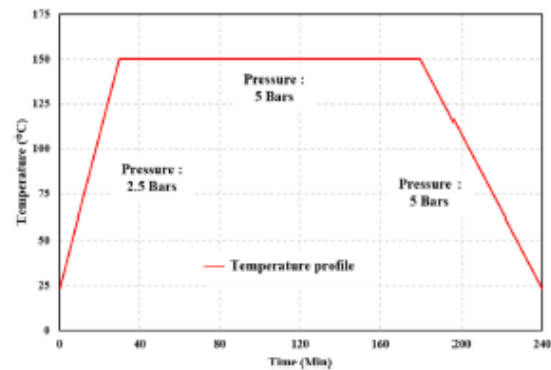


Fig. 1. Curing cycle of the flax/epoxy plate.

Corporation, US, was used to perform an accelerated artificial weathering experiment according to ASTM G154 [32]. The apparatus features UVA-340 fluorescent lamps that emit UV radiation primarily at 340 nm. The aging process spanned a total of 1200 h, during which five aging cycles were conducted at specific time intervals: 0, 300, 600, 900, and 1200 h. Each aging cycle involved exposing the samples to 8 h of dry UV irradiation that was meticulously controlled at an irradiance level of 0.89 W/m<sup>2</sup> and a constant temperature of 60 °C, followed by 4 h of condensation at 50 °C.

### 2.3. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy and Scanning Electron microscope (SEM)

Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy, utilizing a Nicolet™ iS™ 10 FTIR spectrometer provided by ThermoFisher Scientific, US, was employed to analyse changes in the chemical composition and microstructure of flax/epoxy composite samples at various aging times. The experiment involved measuring the transmission of infrared light through the samples to examine how their chemical and microstructural properties evolved with aging. The changes in the surface morphology of flax/epoxy composite samples induced by the application of UV at different weathering times, and the surface fracture of the samples, were evaluated by Scanning Electron Microscopy (SEM) using a VP-SEM Hitachi SU1510.

### 2.4. X-ray micro-tomography measurements

X-ray tomography is recognized as a non-destructive method for detailed characterization of composite materials. It offers a high-resolution imagery of internal structures without compromising the integrity of the sample. Especially in the context of analyzing impact-induced damage phenomena such as microcracking and delamination in composite materials. EasyTom 130 X-ray micro-tomograph by CyberOptics, US was used to analyse the internal damage inflicted by drop weight impacts at different aging durations. The technique involves positioning the specimen of 51x51 mm<sup>2</sup> dimensions between an X-ray emitter and detector, then rotating it 360° to ensure comprehensive exposure. This rotation is essential as it enables the capture of multiple 2D slices by the detector. The operational settings for the X-ray tube were meticulously adjusted to a voltage of 130 kV and a current of 300 mA [39]. The captured figures will be then exported and analyzed using 3D-Slicer software for possible reconstruction and analysis of the internal damage.

### 2.5. Tensile tests

Tensile tests on the flax/epoxy composites were performed using an

Instron electromechanical testing machine model LM-U150 provided by Lab Integration inc, equipped with a 10-kN load cell and at a tensile speed of 5 mm/min. The tensile strain was measured using an extensometer with an initial length of  $l_0 = 50$  mm. The testing strictly adhered to the ASTM standard D3039 [30]. To maintain consistency and ensure the reliability of the results, we assessed each set of experimental conditions by testing three distinct samples.

### 2.6. Low-velocity impact tests

The drop weight impact tests were conducted using an Instron 9350 impact testing machine, provided by Instron, US. An impact energy of 3 Joules was specifically selected for this study. This energy level, constituting 20 % of the threshold necessary to achieve perforation in flax/epoxy specimens, was determined based on a preceding study [27]. Data from the impacts were captured via the CEAST DAS 64 K data acquisition system, which, when connected to a 22 kN load cell, facilitated the conversion of signal data into measurable load (N). The testing protocol adhered strictly to the ASTM D5628-18 standards [31], utilizing a hemispherical impactor with a diameter of 12.7 mm. To prevent multiple impacts on the specimen's surface, an anti-rebound system was employed, with specimens securely clamped to ensure stability during the test. Hemispherical impactor. Furthermore, the machine automatically adjusts the drop height to ensure the desired impact energy.

## 3. Results and discussion

### 3.1. Visual aspect

Fig. 2 shows the change in colour of the flax/epoxy composite specimens with time, specifically after 0, 300, 600, 900, and 1200 h of exposure. This change, particularly notable at 900 and 1200 h, is characterized by yellowing of the specimen surfaces, signifying alterations in their physical and chemical properties. The discoloration is likely attributed to the photodegradation of the epoxy matrix and the flax fibres [38]. Yan et al. [13] suggested that the colour change could be due to the erosion of the polymer matrix, the formation of voids, and photo-oxidation occurring throughout the exposure cycles.

### 3.2. SEM and FTIR spectroscopy analysis

Three distinct exposure times were chosen for analysis via SEM, as shown in Fig. 3. With time, all three configurations exhibited signs of

matrix erosion, micro-cracks, and an apparition of the fibres on the surface of the composites. Similar defects were also observed previously [20,33]. The defects primarily arise from the inherent hydrophilic nature of flax fibres, which absorb water when exposed to moisture. This absorption may cause fibre swelling, leading to stress at the fibre–matrix interface. Furthermore, the low percentage of lignin in flax fibres [4] does not provide optimal protection against UV radiation. UV radiation degrades the molecular chains of lignin, consequently exposing cellulose and hemicellulose to UV rays. With increased exposure time to UV radiation, fibres experience notable degradation. Additionally, the epoxy matrix experiences surface degradation, discoloration, and chalking due to the UV-induced breakdown of polymer chains. This degradation can weaken the interfacial bonding between the flax fibres and the epoxy matrix, compromising load transfer efficiency [13,34].

FTIR spectroscopy was conducted to determine the underlying mechanisms of this phenomenon. Fig. 4 shows a typical FTIR spectrum of the UFE configuration. The y-axis of the spectra represents the percentage of transmittance (%), while the x-axis denotes the wavenumbers from 700 to 3700  $\text{cm}^{-1}$ . To assess the effects of aging, we compared the obtained spectra from aged specimens to those from the non-aged flax epoxy composites. For the unaged specimens, a characteristic peak of the epoxy matrix was observed at 1456  $\text{cm}^{-1}$ . With time, the disappearance of this initial peak and the appearance of three new distinct peaks were observed, indicating the degradation of epoxy groups and the formation of new chemical bonds, forming carbonyl and ester groups. Towards the end of the aging process, a broad peak representing the OH group was observed in the 3300–3400  $\text{cm}^{-1}$  region. This peak is attributed to the presence of hydroxyl groups resulting from matrix degradation and the appearance of flax fibres on the surface. Indeed, the cellulose and hemicellulose present in flax fibres contain hydroxyl groups. Notably, the wavenumbers used in this analysis are expressed as the inverse of the wavelength. This conversion involves the relation: wavenumber = 1 / wavelength. All configurations (QFE and CFE) exhibited identical spectral characteristics.

### 3.3. Tensile test

Fig. 5 shows the stress–strain behaviour of the specimens subjected to a tensile test before and after weathering for different aging durations (0, 600, and 1200 h). All configurations showed a brittle response. As aging time increased, a consistent trend indicated a reduction in both stress and strain. For all configurations with prolonged exposure to UV radiation, the matrix that protects the fibres undergoes degradation,

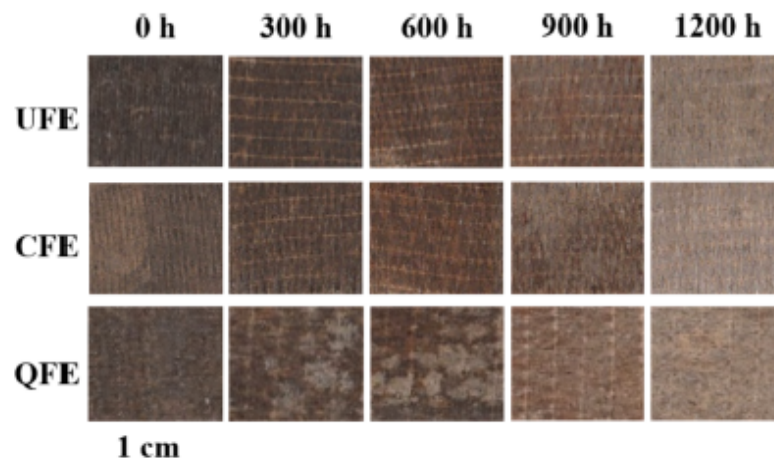


Fig. 2. Color change as function of weathering time.

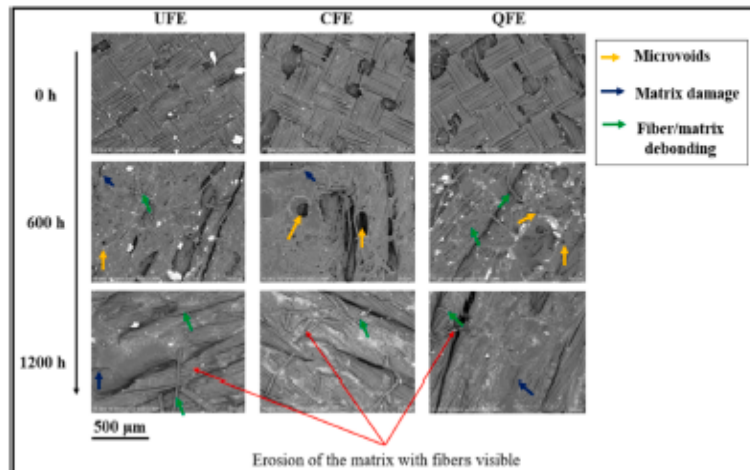


Fig. 3. SEM images of the surface degradation of the samples at different weathering times for the three configurations: UFE, CFE and QFE.

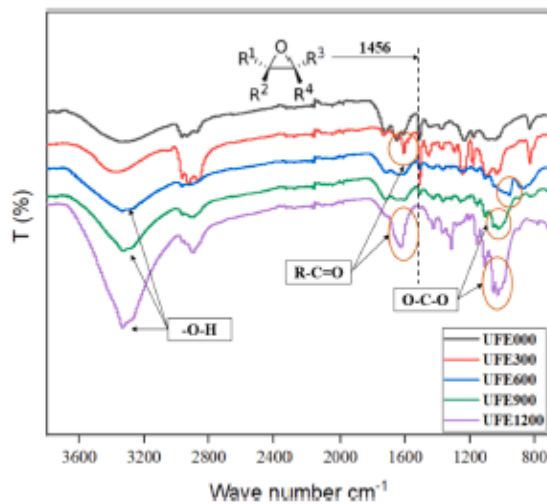


Fig. 4. FTIR spectra of non-aged and aged samples: UFE.

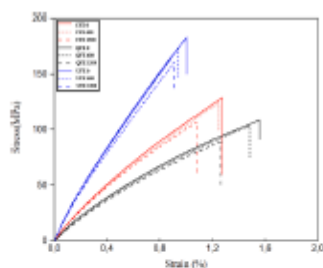


Fig. 5. Stress-strain curves for the UFE, CFE, and QFE configurations at 0, 600, and 1200 h of weathering time.

forming voids and micro-cracks that can compromise the overall structural integrity of the material. Once exposed, the fibres, in turn, undergo photo-oxidation, further accentuating the degradation of the bio-composite. The UFE configuration displayed the highest resistance,

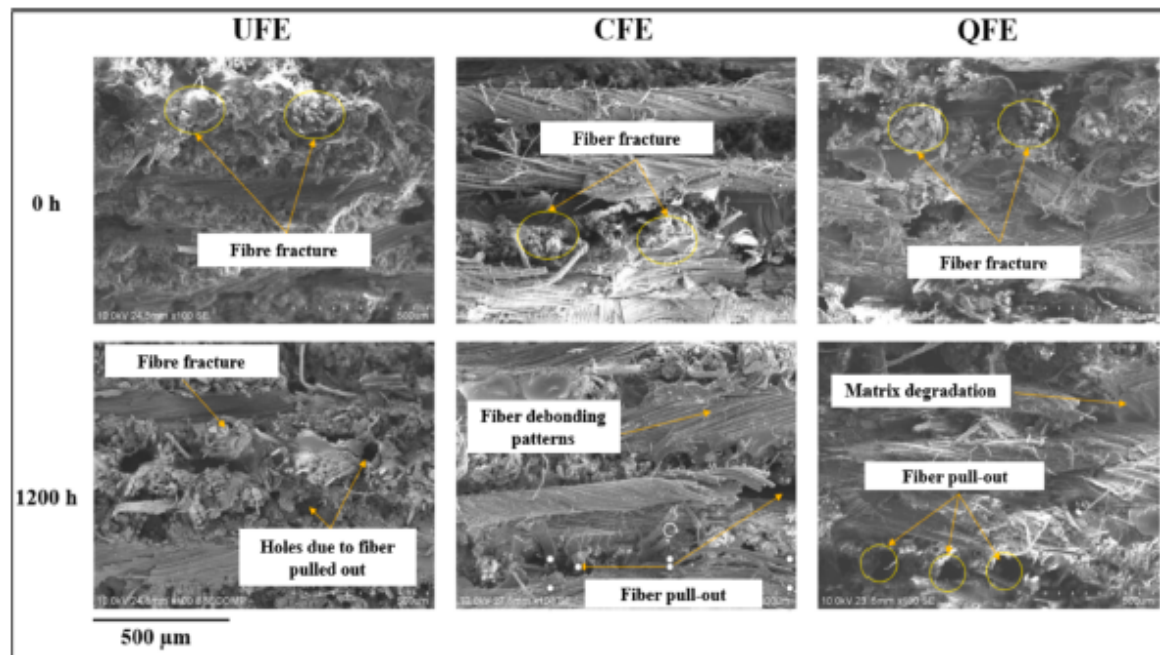
followed by CFE and then QFE. The superior performance of UFE is attributed to its fiber alignment along the loading direction. This alignment is crucial because it subjects the fibers to tensile stress, unlike fibers oriented at 90 degrees. Consequently, in configurations where fibers are not aligned with the loading direction, the matrix bears the tensile loading instead of the fibers. CFE have layers oriented at 0° and 90° relative to the loading direction, providing balanced stiffness and strength. However, this structure may be more vulnerable to delamination because of the inherent interlaminar shear stresses. Aging can intensify this vulnerability by inducing transverse cracks and allowing moisture to penetrate the matrix-fibre interface. The quasi-isotropic orientation of QFE, with its varied fibre orientations, results in a more uniform stress distribution across the material. However, this configuration is still susceptible to weathering effects. The fibre orientation in the QFE configuration might result in a pronounced matrix-dominated weathering effect. UV radiation can degrade the matrix, reducing ductility. Moreover, fibre orientations, especially along the 45° and -45° directions, can serve as conduits for moisture, triggering hydrolytic degradation and swelling of the matrix. The tensile results for all weathering times (0, 300, 600, 900, and 1200 h) are summarised in Table 1. The properties measured include elastic modulus (E) in GPa, strain at failure (ε) in percentage, and stress at failure (σ) in MPa.

The data in Table 1 show a consistent pattern: as the weathering time increased, there was a decrease in elastic modulus and stress and strain at failure. The UFE configuration showed an 11.5 % decrease in Young's modulus, a 12.2 % decrease in stress, and a 10 % decrease in strain. Similarly, the CFE configuration exhibited an 8 % decrease in Young's Modulus, a 16.77 % decrease in stress, and a 15 % decrease in strain. Finally, the QFE configuration demonstrated a 10 % decrease in Young's modulus, an 18 % decrease in stress, and an 18.59 % decrease in strain. These findings highlight the significant variations in mechanical properties among the different configurations, with the QFE configuration showing the highest decrease in tensile properties. Importantly, the elastic tensile modulus of fiber-reinforced plastic composite is typically measured in the strain range 0.1 to 0.3 % and ASTM D3039 standard norm [30]. This standard measurement range underscores the relevance of our observed changes in mechanical properties within these specified limits.

SEM was conducted to elucidate the tensile fracture surface of both the non-aged and aged composite samples, as presented in Fig. 6. The weathered composite specimens show a high amount of fibre debonding and fibre pullout. This phenomenon can be attributed to the deterioration of the interfacial adhesion between the fibre and the matrix with

**Table 1**  
Tensile properties of the flax/epoxy composites at different W.T (0–1200 h).

W.T (h)	UFE			CFE			QFE		
	E (GPa)	$\epsilon$ (%)	$\sigma$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon$ (%)	$\sigma$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon$ (%)	$\sigma$ (MPa)
0	27.03 ± 0.5	1.01 ± 0.01	183.0 ± 1.2	16.17 ± 0.3	1.28 ± 0.01	128.9 ± 5.1	12.49 ± 0.14	1.56 ± 0.05	108.8 ± 4.2
300	25.75 ± 0.34	0.97 ± 0.01	180.1 ± 1.6	16.10 ± 0.12	1.22 ± 0.04	121.4 ± 4.5	11.69 ± 0.3	1.51 ± 0.03	106.2 ± 2.1
600	24.35 ± 0.45	0.94 ± 0.01	174.0 ± 1.4	16.12 ± 0.17	1.22 ± 0.03	120.9 ± 3.8	11.69 ± 0.3	1.48 ± 0.08	103.3 ± 2.9
900	24.54 ± 0.26	0.93 ± 0.02	170.1 ± 1.6	16.03 ± 0.21	1.19 ± 0.01	116.9 ± 6.2	11.43 ± 0.13	1.46 ± 0.04	100.3 ± 1.2
1200	23.91 ± 0.33	0.91 ± 0.01	160.9 ± 2.9	14.88 ± 0.19	1.09 ± 0.02	107.1 ± 6.6	11.24 ± 0.3	1.27 ± 0.05	89.7 ± 4.2



**Fig. 6.** SEM images ( $\times 100$ ) of the tensile fracture surfaces of three configurations at weathering times of 0 and 1200 h.

time due to UV and moisture absorption that causes swelling of the fiber [13,35,36]. Such embrittlement of the matrix, degradation of the fibres, and fibre/matrix interfacial bonding, which are evidenced by increased fibre pullout, compromise the tensile strength and modulus of the composite (Table 1), as explained by Beg and Pickering [15].

#### 3.4. Drop-weight impact test

Flax/epoxy composites with distinct ply orientations were subjected to low-velocity impact testing. The energy of the impact was set to 3 J, based on previous studies that established this level as 20 % of the perforation threshold for flax/epoxy [27]. The resulting representative load–displacement curves at 0 and 1200 h of weathering time (W.T) for the three configurations are shown in Fig. 7. All the curves show a closed loop. A linear increase is shown in the load–displacement curves for all specimens at different aging times, attributed to their elastic behaviour. This continues until the first drop is reached, corresponding to the point of crack initiation caused by delamination and matrix cracking. A difference in the maximum impact load is shown between the three flax/epoxy configurations, where the QFE samples have a higher impact load,

followed by CFE and UFE. The influence of weathering time on the impact load was evident as it extended from 0 to 1200 h. Specifically, the impact load experienced reductions of 9.69 %, 8.02 %, and 5.86 % for the Unidirectional Flax/Epoxy (UFE), cross-ply Flax/Epoxy (CFE) and a quasi-isotropic Flax/Epoxy (QFE) configuration, respectively. This decrease in the aged specimens was due to superficial microcracks (Fig. 3) that caused more damage to the specimens during impact loading, increasing the maximum displacement and the absorbed energy which is represented by the area under the curves. [37,40]. The CEAST DAS 64 K data acquisition system automatically calculated and provided these precise values.

The variance in peak load can be attributed to various failure mechanisms, including matrix fractures, delamination, and fiber breakage. Moreover, the multiple ply orientations in the QFE and CFE configurations facilitate a more efficient dispersal of impact forces within the composite. This arrangement enables fractures to propagate in multiple directions, effectively mitigating the extent of damage sustained by the material. As a result, this configuration enhances the composite's resistance to impact damage, thereby improving its overall resilience. The specimens were subjected to aging tests to determine

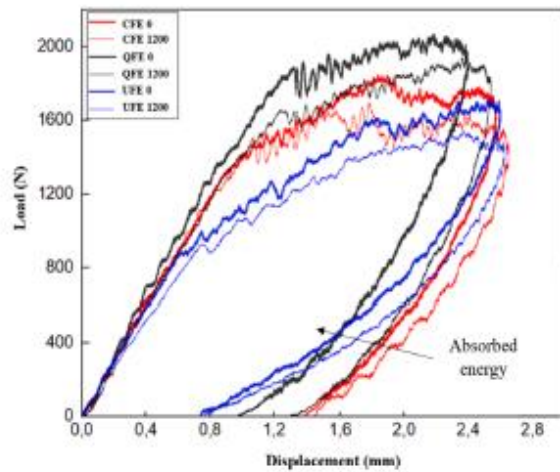


Fig. 7. Load-displacement curves for the drop-weight impact tests of UFE, CFE and QFE configurations at weathering times of 0 and 1200 h.

their evolving material properties from 0 to 1200 h. The data presented in Fig. 8 show the influence of weathering time on the drop-weight impact properties of the three flax/epoxy configurations. This analysis shows data standardized to the initial value, enabling a relative comparison. As the weathering time increased, a concurrent decrease in impact loading was observed, accompanied by increased maximum displacement and absorbed energy. Of interest, Fig. 8c shows a significant shift in absorbed energy ratios beginning at 600 h of aging. This shift signifies a novel phase in the composite material's degradation process. Notably, this degradation phase differs among the three configurations, allowing us to determine the effect of accelerated

weathering on the initiation of cracks within the material. The increased energy absorption correlates with the growing number of defects within the material, indicating a clear relationship between weathering, defect development, and structural integrity. Furthermore, the increase in energy absorption can be attributed to the accumulation of internal defects within the material, as underscored by the findings of Atas et al. [41]. Their research revealed that subjecting the same composite plate to repeated impacts with identical energy levels leads to increase the absorbed energy. This increase is rationalized by the internal accumulation of damage, which includes microcracks, fiber damage, and matrix deterioration. These phenomena underscore a direct correlation between the duration of weathering and the propagation of internal defects, which, in turn, significantly influences the material's structural integrity and its ability to absorb energy upon impact.

Table 2 summarizes the results of drop-weight impact tests on UFE, CFE, and QFE laminates at various aging times. For the UFE sample, absorbed energy increased from 1.77 J at 0 h to 1.69 J at 1200 h, a 6.78 % increase. Simultaneously, the damage increased from 7.16 to 10.11 %, an increase of 41.2 %. The maximum load for UFE decreased from 1707.50 to 1542.01 N, representing a 9.7 % drop. For the CFE specimen, absorbed energy increased from 2.42 J at 0 h to 2.71 J at 1200 h, indicating an 11.9 % increase. The damage increased from 5.12 to 7.723 %, a 50.3 % increase. The maximum load for CFE decreased from 1845.80 to 1697.06 N, an 8 % decrease. Meanwhile, the QFE sample showed an increase in absorbed energy from 2.40 to 2.64 J, a 10 % increase. The damage for QFE increased from 6.15 to 8.82 %, an increase of 43.5 %. Regarding impact load, QFE decreased from 2067.14 to 1945.94 N, a decrease of approximately 5.9 %.

### 3.5. Internal damage by X-ray tomography

Two main configurations, UFE and QFE, were selected to evaluate the influence of the weathering time on the internal damage of the flax/epoxy composite when subjected to drop-weight impact. The choice of

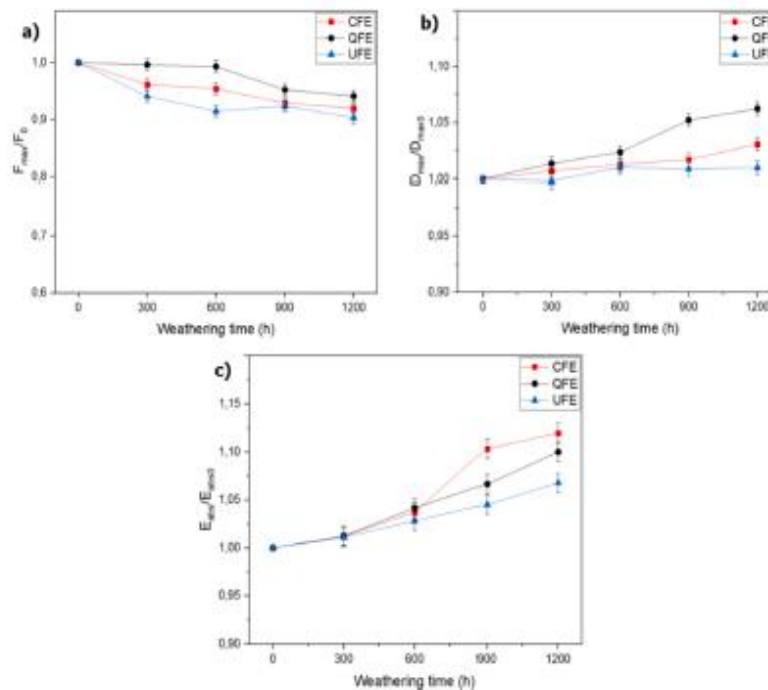


Fig. 8. Impact properties normalized for the flax/epoxy composite configurations as a function of UV exposure time: a) impact load, b) maximum displacement, and c) absorbed energy.

**Table 2**  
Parameters obtained from the drop-weight impact tests on UFE, CFE, and QFE laminates at various aging times (0 to 1200 h).

Aging time (h)	0	300	600	900	1200
<b>UFE</b>					
Absorbed energy (J)	1.77 ± 0.02	1.79 ± 0.01	1.82 ± 0.03	1.85 ± 0.02	1.89 ± 0.01
Max load (N)	1707.5 ± 50.4	1607.1 ± 28.1	1561.8 ± 32.9	1622.7 ± 45.1	1542.0 ± 55.9
Damage %	7.16 ± 0.05	8.18 ± 0.04	8.64 ± 0.04	9.68 ± 0.03	10.11 ± 0.01
<b>CFE</b>					
Absorbed energy (J)	2.42 ± 0.02	2.45 ± 0.01	2.51 ± 0.03	2.67 ± 0.01	2.71 ± 0.02
Max load (N)	1845.8 ± 42.1	1775.2 ± 31.7	1761.6 ± 38.6	1715.2 ± 12.9	1697.9 ± 10.6
Damage %	5.12 ± 0.02	5.45 ± 0.01	6.35 ± 0.02	6.12 ± 0.03	7.72 ± 0.05
<b>QFE</b>					
Absorbed energy (J)	2.40 ± 0.01	2.43 ± 0.02	2.50 ± 0.02	2.56 ± 0.01	2.64 ± 0.03
Max load (N)	2067.1 ± 25.1	2059.7 ± 31.6	2052.9 ± 28.1	1968.7 ± 41.3	1945.9 ± 10.2
Damage %	6.15 ± 0.02	6.48 ± 0.01	7.12 ± 0.04	7.56 ± 0.02	8.82 ± 0.05

the configurations was based on the visual analysis and the difference in the damage modes, where the UFE and QFE showed a high damage percentage. Three longitudinal (A-A, B-B, C-C) and transversal (a-a, b-b, c-c) views were selected to cover all the damaged area, as represented in Figs. 9 and 10.

Figs. 9 and 10 present a tomographic analysis elucidating the impact damage inflicted by drop weight impacts using a uniform impact energy of 3 J yet differentiated by varying aging durations (600 h and 1200 h). These specific intervals were chosen to depict a representative damage

profile within the material, aligning with literature that posits a direct correlation between increased weathering time and the severity of damage within composite materials. Notably, the analysis distinctly reveals various modes of damage, including matrix cracking, fiber breakage, and predominantly, delamination. The extent of damage is markedly more pronounced at 1200 h of weathering, particularly within cross section B-B, which represents the center of indentation and the locus of maximum displacement. Comparative analysis of cross sections AA and CC indicates that, within the UFE configuration, delamination and matrix cracking are significantly more extended along the longitudinal axis relative to the QFE configuration, which efficaciously mitigates crack propagation. This phenomenon underscores the rationale behind the heightened impact load resistance observed in the latter configuration.

**4. Conclusions**

In this investigation, flax/epoxy composite plates featuring distinct stacking sequences (UFE, CFE, and QFE) underwent accelerated aging to explore the impact of weathering on both their mechanical properties and microstructure. The following conclusions were derived from a thorough analysis of the experimental findings:

Accelerated aging resulted in visible surface discoloration, particularly at 900 and 1200 h of exposure. SEM analysis showed matrix erosion, micro-cracks, and the emergence of fibres on the surface of the composites. These surface anomalies were attributed to the hydrophilic nature of flax fibres, matrix degradation induced by UV radiation, and moisture absorption.

FTIR spectroscopy revealed significant chemical changes in the aged specimens. The disappearance of epoxy matrix peaks and the emergence of new peaks suggested epoxy degradation and the formation of new chemical bonds. The presence of OH groups indicated matrix

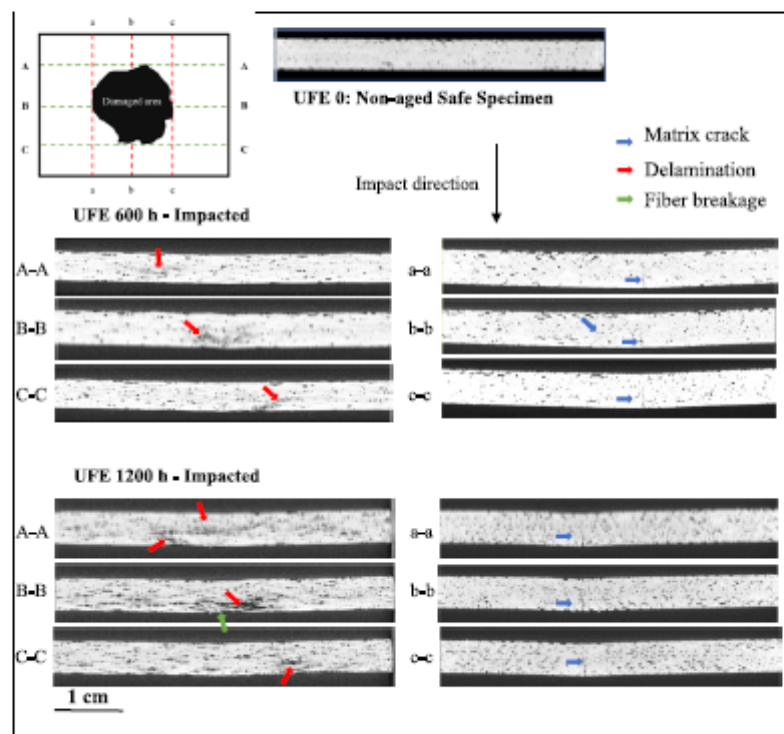


Fig. 9. Tomography analysis of the impact damage of the UFE specimens at 600 h and 1200 h of weathering time at the same impact energy of 3 J.

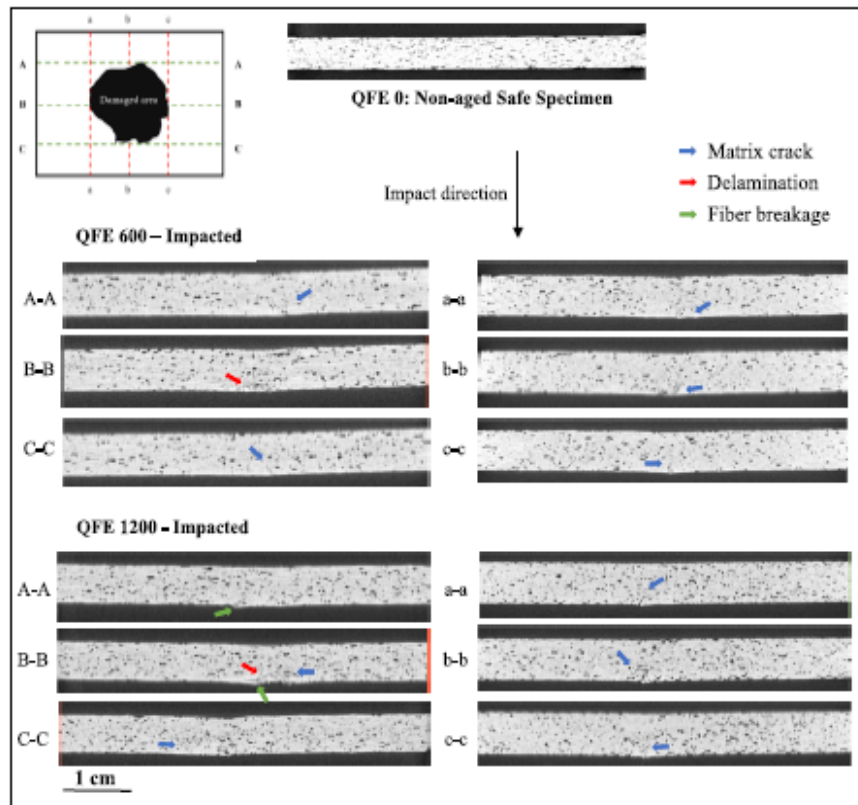


Fig. 10. Tomography analysis of the impact damage of the QFE specimens at 600 h and 1200 h of weathering time at the same impact energy of 3 J.

degradation and the incorporation of flax fibres on the surface.

Tensile testing showed a consistent decrease in the elastic modulus, stress, and strain at failure as weathering time increased across all configurations. The UFE configuration demonstrated the highest resistance, followed by CFE and QFE. However, prolonged exposure to weathering induced matrix-dominated degradation, compromising the material's structural integrity.

Low-velocity impact testing revealed that all configurations exhibited a decrease in impact load as weathering time increased. This decrease was attributed to superficial microcracks caused by aging, leading to increased displacement, and absorbed energy during impact loading. Among the configurations, QFE samples initially showed the highest impact load, followed by CFE and UFE.

The stacking sequence played a role in determining the material's response to aging, with each configuration having advantages and disadvantages. Understanding these effects is crucial for designing and applying flax/epoxy composites for various industries, especially those exposed to environmental conditions that may induce aging and degradation. Further research is needed to explore potential strategies for enhancing the durability of these composites in such environments.

The tomographic analysis conclusively demonstrated that the aging process intrinsically alters the internal structure of flax epoxy composites, leading to an amplification of damage with extended periods of weathering, as evidenced in the comparative cases of 600 h and 1200 h. Notably, aged specimens exhibited a significant presence of larger voids when contrasted with non-aged specimens. Furthermore, X-ray tomography images showed that the damage spread more easily along the longitudinal direction of the UFE configuration, unlike the QFE which effectively reduced such propagation.

#### CRedit authorship contribution statement

Abdelhadi Hadj-Djilani: Writing – original draft, Investigation, Data curation, Conceptualization. Habiba Bouguerara: Writing – review & editing, Supervision, Resources, Funding acquisition. Redouane Zitounes: Writing – review & editing, Resources. Lotfi Toubali .

#### Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

#### Data availability

Data will be made available on request.

#### References

- [1] Baley C, Bourmaud A, Davies P. Eighty years of composites reinforced by flax fibres: a historical review. *Compos A Appl Sci Manuf* 2021;144:106333.
- [2] Szolnoki B, Bocz K, Soti PL, Bodzay B, Zimonyi E, Toldy A, et al. Development of natural fibre reinforced flame retarded epoxy resin composites. *Polym Degrad Stab* 2015;119:68–76.
- [3] Pickering KL, Efendy MGA, Le TM. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos A Appl Sci Manuf* 2015;83:98–112.
- [4] Yan L, Chou N, Jayaraman K. Flax fibre and its composites – a review. *Compos B Eng* 2014;56(1):296–317.
- [5] Hallonet A, Ferrier E, Mochel L, Benmokrane B. Durability and tensile characterization of wet lay-up flax/epoxy composites used for external strengthening of RC structures. *Constr Build Mater* 2019;205:679–98.

- [6] Baley C, Gomina M, Breaud J, Bourmaud A, Davies P. Variability of mechanical properties of flax fibres for composite reinforcement. A review. *Ind Crops Prod* 2020;145:111984.
- [7] Giannaris V, Del Bianco G, Raponi E, Flumarella D, Ciardiello R, Boella S, et al. Material parameter optimization of flax/epoxy composite laminates under low-velocity impact. *Compos Struct* 2023;321:117303.
- [8] Mousmita S, Liang J, Jiang C, Zhang Z, Khalifallah M, Iqbal F, et al. Influence of accelerated weathering on the properties of flax reinforced PLA biocomposites. *Results Mater* 2022;100333.
- [9] Chang BP, Mohanty AK, Misra M. Studies on durability of sustainable biobased composites: a review. *RSC Adv* 2020;10(31):17955–99.
- [10] Arwa Z, Yousef BF, Manalo AC. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater Des* 2013;47:424–42.
- [11] Naveen R, Kumar M, Ramesh M, Abinaya R, Prasath MS. An investigation on the effect of ultraviolet (UV) rays on the mechanical properties of epoxy laminates. *Mater Today: Proc* 2023.
- [12] Effect of moisture absorption on mechanical properties of chopped natural fiber reinforced epoxy composite. *J Reinforc Plast Compos*. 2010;29(16):2513–2521.
- [13] Yan L, Chouh N, Jayaraman K. Effect of UV and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications. *Mater Des* 2015;71:17–25.
- [14] Hollaway LC. A review of the present and future utilization of FRP composites in the civil infrastructure with reference to their important in-service properties. *Constr Build Mater* 2010;24:2419–45.
- [15] Beg MDH, Pickering KL. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym Degrad Stabil* 2008;93:1939–46.
- [16] Nasri K, Toubal L, Loranger É, Koffi D. Influence of UV irradiation on mechanical properties and drop-weight impact performance of polypropylene biocomposites reinforced with short flax and pine fibers. *Compos Part C Open Access* 2022 Oct;9:100296.
- [17] Mohammed M, Jawad AJM, Mohammed AM, Oleiwi JK, Adam T, Osman AF, et al. Challenges and advancement in water absorption of natural fibres-reinforced polymer composites. *Polym Test* 2023;124:108083.
- [18] Islam MS, Pickering KL, Foreman NJ. The effect of accelerated weathering on the mechanical properties of alkali treated hemp fiber/epoxy composites. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:1947–59.
- [19] Awad SA, Fellows CM, Mahini SS. A comparative study of accelerated weathering of epoxy resins based on DGEBA and HDGEBA. *J Polym Res* 2018;25(103).
- [20] Das SC, La Rosa AD, Goufianos S, Grammatikos S. Effect of accelerated weathering on the performance of natural fibre reinforced recyclable polymer composites and comparison with conventional composites. *Compos Part C Open Access* 2023 Oct;12:100378.
- [21] Senthilkumar K, Untrakul T, Chandrasekar M, Muthu Kumar TS, Rajini N, Siengchin S, et al. Performance of sisal/hemp bio-based epoxy composites under accelerated weathering. *J Polym Environ* 2021;29(1):624–36.
- [22] Vellguth N, Shamsuveya M, Endres H-J, Renz F. Accelerated ageing of surface modified flax fiber reinforced composites. *Compos Part C Open Access* 2021 Oct;6:100198.
- [23] Moudood A, Rahman A, Khanlou HM, Hall W, Öchsner A, Francucci G. Environmental effects on the durability and the mechanical performance of flax fiber/bio-epoxy composites. *Compos B Eng* 2019 Aug;15(171):284–93.
- [24] Yonseng K, Rangappa SM, Parameswaranpillai J, Siengchin S. Influence of accelerated weathering on the mechanical, fracture morphology, thermal stability, contact angle, and water absorption properties of natural fiber fabric-based epoxy hybrid composites. *Polymers* 2020;12(2254).
- [25] Da Cunha RAD, da Cunha RD, de Amorim Junior WF, et al. Study of an intraply/yarn composite submitted to low-velocity impact in the presence of high void content. *J Mater Eng Perform* 2021;30:7523–31.
- [26] Sy BL, Fawaz Z, Bougherara H. Damage evolution in unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates subjected to low velocity impact loading. *Compos A* 2018;112:452–67.
- [27] Hadj-Djilani A, Kioua A, Zitoun R, Toubal L, Bougherara H. Exploring the flexural and impact properties of pure flax/epoxy and Kevlar/flax/epoxy composites through experimental and numerical analysis. *Proc Inst Mech Eng Part L J Mater Des Appl* 2023;237(11):2361–78.
- [28] Revandi M, Teo WS, Tran LQN, Yong MS, Tay TE. Low velocity impact performance of stitched flax/epoxy composite laminates. *Compos B* 2017;117:89–100.
- [29] Shen Y, Zhong J, Cai S, Ma H, Qu Z, Guo Y, et al. Effect of temperature and water absorption on low-velocity impact damage of composites with multi-layer structured flax fiber. *Materials* 2019;12(453).
- [30] ASTM D3039/D3099M-08. Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials.
- [31] ASTM D5628-18. Standard Test Method for Impact Resistance of Flat, Rigid Plastic Specimens by Means of a Falling Dart (Top or Falling Mass).
- [32] ASTM G154-23. Standard Practice for Operating Fluorescent Ultraviolet (UV) Lamp Apparatus for Exposure of Materials.
- [33] Saifuddin SM, Ariawan D, Rasyid A, Fadli M, Mat Taib R, Thirumir MZA, et al. Accelerated weathering and water absorption behavior of kenaf fiber reinforced acrylic based polyester composites. *Sec Polym Compos Mater* 2020;7.
- [34] Moudood A, Rahman A, Öchsner A, Islam M, Francucci G. Flax fiber and its composites: An overview of water and moisture absorption impact on their performance. *J Reinforc Plast Compos* 2019;38(7):323–39.
- [35] Yonseng K, Rangappa SM, Parameswaranpillai J, Siengchin S. Influence of accelerated weathering on the mechanical, fracture morphology, thermal stability, contact angle, and water absorption properties of natural fiber fabric-based epoxy hybrid composites. *Polymers* 2020;12:2254.
- [36] Krittirash Y, Sanjay MR, Harikrishnan P, Suchart S, Parameswaranpillai J. Accelerated weathering studies of kenaf/sisal fiber fabric reinforced fully biobased hybrid bioepoxy composites for semi-structural applications: morphology, thermo-mechanical, water absorption behavior and surface hydrophobicity. *Constr Build Mater* 2020;235:117464.
- [37] Ramakrishnan KR, Corn S, Le Moigne N, Slangen P. Low velocity impact damage assessment in natural fibre biocomposites. In: *IOCM21-21st International Conference on Composite Material*; 2017.
- [38] Chee SS, Jawaid M, Sultan MTH, Alotman OY, Abdullah LC. Accelerated weathering and soil burial effects on colour, biodegradability and thermal properties of bamboo/kenaf/epoxy hybrid composites. *Polym Test* 2019 Oct;79:106054.
- [39] Hadj-Djilani A, Toubal L, Bougherara H, Zitoun R. Investigating the influence of high-void content on the impact and post-impact properties of flax/epoxy composite laminates with different stacking configurations. *Compos Struct* 2024 Feb;330:117832.
- [40] Liu S, Li Z, Feng Y, Zhang T, Ma B, Wang W. Effect of ultraviolet radiation on the low-velocity impact and compression after impact performances of aerospace composite laminates. *Polym Compos Dec*. 2023;45(4):3284–95.
- [41] Atas C, Dogan A. An experimental investigation on the repeated impact response of glass/epoxy composites subjected to thermal ageing. *Compos B Eng Jun*. 2015;75:127–34.



## CONTRIBUTIONS

A. Hadj-Djilani, A. Kioua, R. Zitoune, L. Toubal, and H. Bougherara, “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*, vol. 237, no. 11, pp. 2361–2378, May 2023.

A. Chandra Shekar, A. Hadj Djilani, R. Zitoune, L. Toubal, and L. A. Hof, “Effect of input variables on the mechanical properties of additively manufactured PEEK thermoplastics,” *Materials Today: Proceedings*, Sep. 2023.