



**HAL**  
open science

# Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression

Yann Lebaupin

► **To cite this version:**

Yann Lebaupin. Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2016. Français. NNT : 2016ESMA0017 . tel-01447572

**HAL Id: tel-01447572**

**<https://theses.hal.science/tel-01447572v1>**

Submitted on 27 Jan 2017

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

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

# THESE

Pour l'obtention du Grade de  
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET  
D'AEROTECHNIQUE  
(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale :  
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Yann Lebaupin

\*\*\*\*\*

Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/Polyamide 11 élaboré par  
thermocompression.

\*\*\*\*\*

Directeur de thèse : Fabienne Touchard  
Co-encadrants : Thuy Quynh Truong Hoang  
Michaël Chauvin

\*\*\*\*\*

Soutenance le 16 décembre 2016

\*\*\*\*\*

## JURY

M. Patrick Ienny	Professeur, Ecole des Mines d'Alès	Rapporteur
Mme Véronique Michaud	Professeur, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse	Rapporteur
M. Frédéric Lachaud	Professeur, ISAE-Supaero, Toulouse	Examineur
M. Carlo Santulli	Professeur, Université de Camerino, Italie	Examineur
Mme Fabienne Touchard	Chargée de Recherche CNRS, HDR, ISAE-ENSMA, Poitiers	Examineur
M. Michaël Chauvin	Maître de conférences, ESTACA, Laval	Examineur
Mme Thuy Quynh Truong Hoang	Maître de conférences, ESTACA, Laval	Examineur



# Table des matières

Introduction générale	7
Partie 1 : Etat de l'art	9
Introduction de la partie 1	11
Chapitre I : Les constituants des matériaux composites	13
I.1    Les matrices polymères	13
I.2    Les fibres	15
I.2.1    Les fibres synthétiques	15
I.2.2    Les fibres naturelles	15
Chapitre II : Les Eco-composites	17
II.1    Contexte	17
II.2    Mise en œuvre	18
II.2.1    Injection	18
II.2.2    Resin transfer moulding (RTM) / Infusion	19
II.2.3    Pultrusion	20
II.2.4    Autoclave	20
Chapitre III : Mise en œuvre par thermocompression	23
Chapitre IV : Caractérisation mécanique et endommagement	31
VI.1    Caractérisation mécanique	31
IV.2    Mécanismes d'endommagement dans les composites	32
Chapitre V : Impact et post-impact	37
V.1    Impact	37

V.1.1	Généralités	37
V.1.2	Influence de la séquence d'empilement	39
V.1.3	Etudes de l'impact sur éco-composites	40
V.1.4	Méthodes non destructives	40
V.2	Post-impact	41
V.2.1	Composites à fibres synthétiques	41
V.2.2	Composites hybrides	42
V.2.3	Eco-composites	42
V.2.4	Modélisation numérique	43
Bilan de la partie 1		45
Partie 2 : Matériaux et description des techniques de caractérisation		47
Introduction de la partie 2		49
Chapitre I : Matériaux		51
I.1	Fibres de lin	51
I.1.1	De la graine à la fibre	51
I.1.2	Structure	51
I.1.3	Propriétés	52
I.1.4	Lin de l'étude	53
I.2	Polyamide 11	54
I.2.1	Synthèse du Polyamide 11	54
I.2.2	Polyamide 11 de l'étude	55
Chapitre II : Description des techniques de caractérisation		57
II.1	Caractérisation des constituants initiaux	57

II.1.1	Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	57
II.1.2	Mesures rhéologiques	58
II.1.3	Mesures de taux d'humidité	59
II.2	Elaboration des composites	59
II.2.1	Thermocompression	59
II.2.2	Usinage	61
II.3	Caractérisations des composites	61
II.3.1	Essais mécaniques	61
II.3.1.1	Traction	61
II.3.1.2	Compression	62
II.3.1.2.1	IITRI	62
II.3.1.2.2	Boeing	63
II.3.1.3	Flexion	64
II.3.1.4	Impact	65
II.3.2	Mesure des déformations par stéréo-corrélation d'images numériques	67
II.3.3	Caractérisation microstructurale	68
II.3.3.1	Analyse mécanique dynamique (DMA)	68
II.3.3.2	Mesure de densité et de taux de porosité	69
II.3.3.3	Microscopies	71
II.3.4	Caractérisation des endommagements	71
II.3.4.1	Emission acoustique	71
II.3.4.2	Mesures topographiques	73
II.3.4.3	Ultrasons (C-scan)	74

II.3.4.4 Tomographie X	75
Bilan de la partie 2	77
Partie 3 : Optimisation de la mise en œuvre et caractérisation du composite	79
Introduction de la partie 3	81
Chapitre I : Optimisation de la mise en œuvre	83
I.1 Préparation des constituants	83
I.2 Cycle de thermocompression	84
I.3 Optimisation des paramètres de mise en œuvre	88
I.3.1 Mesures des propriétés mécaniques	89
I.3.2 Mesure des propriétés microstructurales	92
I.4 Optimisation des constituants	94
I.4.1 Mesures des propriétés mécaniques	94
I.4.2 Mesure des propriétés microstructurales	96
I.4.2.1 Analyses mécaniques dynamiques	96
I.4.2.2 Taux de porosité	96
Chapitre II : Caractérisation du composite : Identification de la carte matériau	99
II.1 En traction	99
II.2 En flexion courte	101
II.3 En compression	101
II.4 Résumé des caractéristiques mécaniques du composite	102
Chapitre III : Etude de l'endommagement des composites par émission acoustique	103
Bilan de la partie 3	113
Partie 4 : Comportement à l'impact et au post-impact du composite lin/Polyamide 11	115

Introduction de la partie 4	117
Chapitre I : Pré-impact	119
I.1 Configurations choisies	119
I.2 Propriétés mécaniques en traction	120
I.3 Propriétés mécaniques en compression	123
I.4 Caractérisation des endommagements	125
I.4.1 En traction	125
I.4.2 En compression	128
Chapitre II : Influence de la séquence d'empilement lors d'un impact faible énergie	131
II.1 Comportement des différentes séquences d'empilement	131
II.2 Endommagement externe des composites	133
II.3 Endommagement interne des composites	135
Chapitre III : Evaluation des pertes de propriétés mécaniques	139
III.1 En traction post impact	139
III.2 En compression post-impact	141
III.3 Caractérisation des endommagements	144
III.3.1 En traction	144
III.3.2 En compression	146
Chapitre IV : Analyse numérique	149
IV.1 Pré-impact	149
IV.1.1 Démarche	149
IV.1.2 Comparaison des résultats expérimentaux et numériques	151
IV.2 Démarche post-impact	153



IV. 3	Comparaison avec les résultats expérimentaux post-impact	156
IV.3.1	En traction	156
IV. 3.2	En compression	158
Bilan de la partie 4		161
Conclusion générale		163
Bibliographie		167
Résumé/Abstract		175

# Introduction générale

Ces dernières années, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans différents secteurs industriels : automobile, aéronautique, bâtiment... Outre leurs très bonnes caractéristiques mécaniques, ils présentent l'avantage d'être beaucoup plus légers que les matériaux métalliques. Néanmoins, les matériaux composites sont, dans la plupart des cas, constitués de fibres synthétiques obtenues par divers procédés chimiques et de résines pétrochimiques.

A cela, il est possible de développer des alternatives. La France est un territoire où les fibres naturelles et plus particulièrement les fibres de lin se trouvent en abondance et ont des propriétés spécifiques concurrentielles de celles des fibres synthétiques. De plus, la raréfaction des ressources pétrolières conduit à s'intéresser à des polymères issus de ressources naturelles, pouvant être extraits à partir de matières végétales comme l'amidon de maïs, le ricin... Enfin, les matériaux composites à matrice thermoplastique et à renfort d'origine végétale constituent une alternative prometteuse aux composites à fibres de verre en termes de caractéristiques mécaniques et de recyclabilité. Dans ce contexte, il est donc intéressant de mettre au point des composites provenant de ressources naturelles à la fois pour les fibres et pour la matrice.

C'est pourquoi, dans ce travail de thèse, nous étudierons un composite 100% biosourcé, constitué de fibres de lin sous forme de tissu unidirectionnel, et d'une matrice thermoplastique élaborée à partir de l'huile de Ricin : le Polyamide 11.

Cette thèse s'articulera en quatre parties.

Une première partie sera consacrée à l'état de l'art sur les matériaux composites et plus particulièrement sur les éco-composites. Nous nous intéresserons plus particulièrement au procédé de mise en œuvre des composites par thermocompression et aux propriétés mécaniques des matériaux ainsi obtenus. Enfin, cette partie bibliographique s'attachera à décrire le comportement à l'impact des composites et l'influence sur leurs propriétés résiduelles.

Une seconde partie décrira les renforts et matrices qui seront utilisés dans cette thèse ainsi que l'équipement de thermocompression qui sera employé pour l'élaboration des composites. Les moyens d'essais et les techniques de caractérisation seront également détaillés.

Une troisième partie sera consacrée à l'optimisation des facteurs de mise en œuvre du composite lin/PA11. L'influence des paramètres de thermocompression et du choix des constituants sur les propriétés mécaniques et microstructurales du composite sera étudiée. La carte matériau du composite sera déterminée par différents tests mécaniques. Enfin, une analyse par émission acoustique permettra de définir les mécanismes d'endommagement de ce composite.

La dernière partie de ce manuscrit concernera l'étude du comportement à l'impact de ce composite. L'influence de la séquence d'empilement sera analysée par la comparaison de quatre séquences d'empilement différentes. Les endommagements créés par l'impact seront étudiés dans chacun des drapages. Ensuite, une analyse post-impact sera effectuée pour connaître les propriétés résiduelles des composites en traction et compression. Enfin, une première approche numérique par éléments finis nous permettra de comparer les résultats expérimentaux et numériques.

# Partie 1 : Etat de l'art



## **Introduction de la partie 1**

Cette première partie vise à faire l'état de l'art sur les matériaux composites et en particulier les éco-composites.

Ces matériaux sont largement influencés par leurs paramètres de mise en œuvre. Comment ces paramètres influencent-ils leurs propriétés finales ? Une étude bibliographique tentera de répondre à cette question puis se penchera sur les propriétés mécaniques des éco-composites et leurs mécanismes d'endommagements.

Enfin, seront abordées les problématiques de résistance à l'impact et de propriétés résiduelles post-impact des éco-composites.



## **Chapitre I : Les constituants des matériaux composites**

Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux secteurs industriels depuis plusieurs années et leur utilisation ne fait que de croître. Les principaux domaines concernés sont l'aérospatial, l'aéronautique, la défense, le sport, le secteur du bâtiment ou encore la biomécanique. Ils ont les atouts permettant d'allier résistance, rigidité et légèreté. Ils offrent également une facilité de mise en œuvre.

Ils sont composés d'au moins deux constituants : la matrice et les renforts. Trois types de matrice peuvent être utilisés pour obtenir différents composites : les composites à matrices métalliques (CMM), les composites à matrices céramiques (CMC) et les composites à matrice organiques (CMO). Ces derniers sont les composites les plus utilisés et seront particulièrement détaillés dans ce chapitre.

Les composites sont renforcés généralement par des particules ou par des fibres, pouvant être courtes et dispersées aléatoirement dans le matériau ou longues. Pour des applications structurales, les fibres longues (continues) sont plus performantes. Elles peuvent être d'origine synthétique ou naturelle.

### **I.1 Les matrices polymères**

Ce chapitre s'intéressera uniquement aux matrices organiques (ou polymères). Elles peuvent être thermoplastiques ou thermodurcissables. Les résines thermodurcissables sont des polymères transformés en un produit essentiellement infusible et insoluble après polymérisation sous forme catalytique ou thermique. Elles sont les plus utilisées pour des raisons de prix et de facilité de mise en œuvre (résines généralement liquides qui imprègnent facilement les fibres). C'est le cas par exemple des polyesters insaturés, des époxydes, des vinylesters ou encore des résines phénoliques

Les résines thermoplastiques quant à elles, sont des polymères pouvant être alternativement fondus par chauffage, et durcis par refroidissement dans un intervalle de température spécifique à chaque polymère.

Les résines thermoplastiques qui peuvent être utilisées pour la réalisation des matériaux composites sont de trois types : les polymères courants (PP, PE...), les polymères techniques (PC, PET, PBT, PA, POM), et les polymères hautes performances (PPE, PSU, PESU, PAI, PEEK, PEI). Le plus souvent, ils sont issus du pétrole mais depuis quelques années sont apparus des polymères biosourcés, c'est à dire issus



d'une source naturelle et renouvelable. De plus, certains polymères peuvent être également biodégradables, c'est-à-dire décomposables par des micro-organismes. La figure 1-1 résume ces principales catégories de polymères.

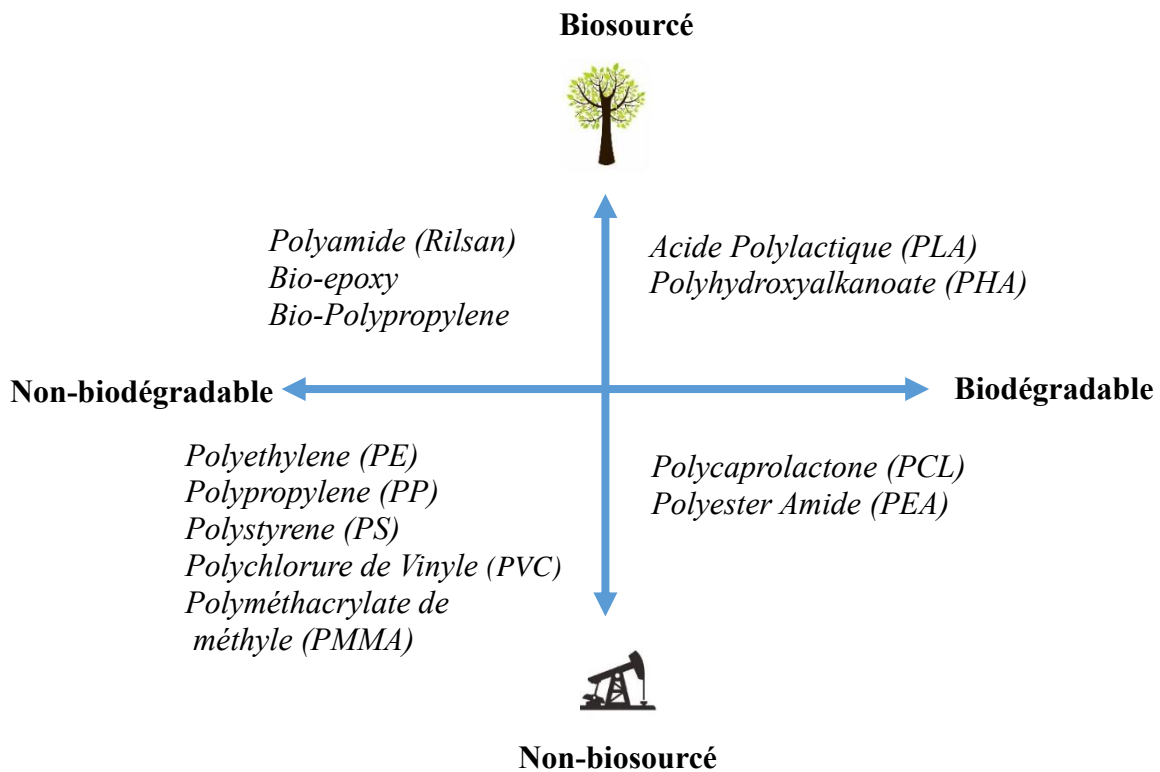


Figure 1-1 : Catégories des différentes sortes de polymères.

Les propriétés mécaniques des différents types de matrice sont détaillées dans le tableau 1-1.

Polymère	Densité	Module d'Young (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)
Polypropylene (PP)	0,92	1,2	30
Epoxyde	1,2	4,5	130
Acide Polylactique (PLA)	1,25	3-4	40-60
Polycaprolactone (PCL)	1,1	9	10
Polyamide 11 (PA 11)	1,1	1,5	45

Tableau 1-1 : Propriétés mécaniques des polymères [Gay, 1997].

## I.2 Les fibres

### I.2.1 Les fibres synthétiques

Les fibres synthétiques les plus couramment employées sont les fibres de verre, de carbone ou encore d'Aramide. Les fibres de verre sont obtenues à partir de silice et d'additifs. Les fibres subissent ensuite différents traitements de surface ou ensimages afin d'améliorer l'interface fibre/matrice [Thomas, 2011].

Les fibres de carbone sont obtenues majoritairement par pyrolyse d'une fibre organique le polyacrylonitrile (PAN) [Destaing, 2012]. Les fibres d'Aramide nommées aussi fibre de Kevlar sont issues de la chimie de Polyamides aromatiques.

### I.2.2 Les fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent provenir soit de végétaux, soit d'animaux (laine de mouton, poils d'Alpaga ou fils de soie) ou encore de minéraux (fibres d'amiante). Concernant les fibres végétales, elles proviennent soit des tiges : fibres de lin ou de chanvre soit des feuilles : Sisal, ou encore des fruits : fibres de coco [Baley, 2013]. Le tableau 1-2 présente la comparaison des propriétés mécaniques des fibres de lin avec celles de fibres synthétiques [Poilâne et al., 2009].

On voit dans le tableau 1-2 que les fibres synthétiques sont plus performantes que les fibres de lin en terme de module d'Young et de contrainte à la rupture. Cependant, si on rapporte ces grandeurs à la densité des fibres, les fibres de lin deviennent concurrentes des potentielles aux fibres de verre.

	Lin	Verre E	Aramide	Carbone
Densité $\rho$	1.45	2.54	1.45	1.94
$\sigma_R$ (MPa)	1340	2200	3000	3920
$\epsilon_R$ (%)	3.3	3	4.5	0.7
E (GPa)	58	72	135	588
E/ $\rho$ (GPa)	38	28	93	303
$\sigma_R/\rho$ (MPa)	875	866	2100	2020

**Tableau 1-2 : Caractéristiques mécaniques de différentes fibres** [Poilâne et al., 2009].

La configuration des fibres peut avoir différentes architectures. Elles peuvent avoir une architecture aléatoire où les fibres sont non tissées. On parlera alors de mats. Pour améliorer les propriétés mécaniques, les fibres peuvent être également torsadées pour former des fils, qui seront ensuite tissés.

On parlera de taffetas lorsque les fils de chaîne et de trame s'entrecroisent alternativement. Cette architecture confère au tissu des propriétés mécaniques sensiblement identiques dans les deux directions (chaîne et trame).

Si chaque fil de chaîne flotte au-dessus de plusieurs ( $n$ ) fils de trame et chaque fil de trame flotte au-dessus de ( $m$ ) fils de chaîne : on parlera de sergé. Le tissu sergé permet ainsi un glissement entre les fils chaîne et trame et s'adapte bien à des moulages de formes complexes.

Plus récemment, ont été développés des tissus unidirectionnels. Ils sont confectionnés à partir de fibres assemblées sous formes de mèches. Ces mèches sont ensuite reliées entre elles par des fils de trame. Cette architecture permet d'éviter les torsions de fibres que l'on trouve dans les tissus classiques, améliorant ainsi leurs performances mécaniques [Kumar Thakur, 2014].

## Chapitre II : Les Eco-composites

### II.1 Contexte

De plus en plus, l'industrie automobile impose l'utilisation des matériaux dits verts pour répondre aux objectifs de réduction de poids, de diminution de consommation d'énergie et d'émission de CO<sub>2</sub>, tout en assurant la qualité et la sécurité des véhicules, des coûts de production réduits et la recyclabilité des matériaux. Selon la réglementation européenne, l'objectif est de réduire à 95 g/CO<sub>2</sub>/km l'émission des gaz polluants pour 2020 [Réseau Action Climat France, 2011] (Figure 1-2).

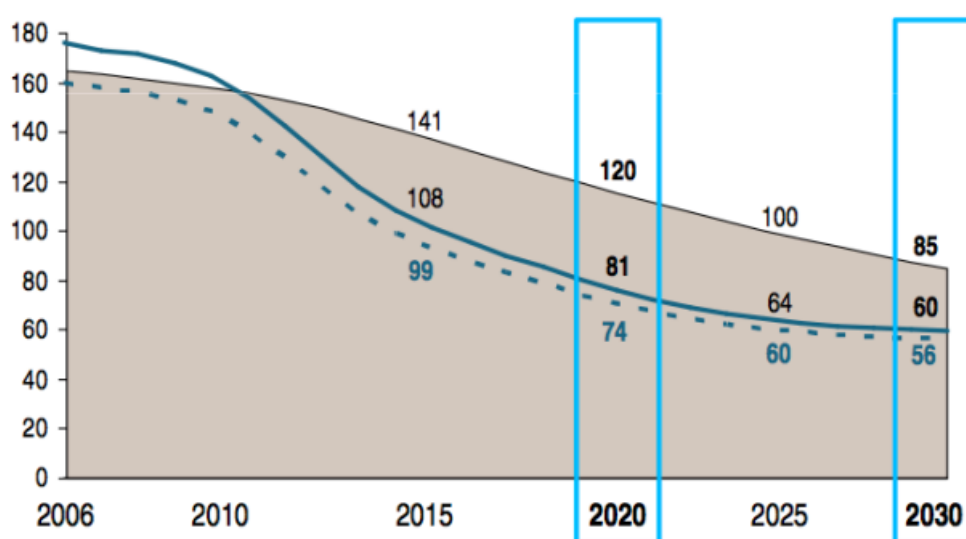


Figure 1-2 : Evolution de l'émission des gaz polluants en fonction des années [Réseau Action Climat France, 2011].

De nos jours, les fibres d'origine végétale sont utilisées principalement pour des pièces non structurales (tableaux de bord, joints...). Pourtant, les fibres continues présentent de meilleures performances mécaniques et permettent d'étendre l'utilisation des fibres végétales à des applications structurales.

Dans ce contexte, les matériaux composites à matrice thermoplastique et à renfort végétaux constituent une alternative prometteuse aux composites à fibres de verre en termes de caractéristiques mécaniques et de recyclabilité.

Face à l'épuisement des ressources pétrolières, l'utilisation de ressources biosourcées dans les composites devient nécessaire de nos jours. Au vu du contexte, ces types de matériaux dit

« biocomposites » sont amenés à être développés. On parlera d'éco-composites dès lors que l'un des constituants sera biosourcé et/ou biodégradable.

## II.2 Mise en œuvre

Les matériaux composites peuvent être mis en œuvre par divers procédés de fabrication. Nous nous intéresserons uniquement aux techniques de mise en œuvre pouvant être utilisées pour les éco-composites.

Pour ces matériaux, l'imprégnation des fibres par la matrice polymère peut poser problème. En effet, l'incompatibilité entre les fibres et la matrice peut se traduire par plusieurs phénomènes : présence d'agrégats lors de la mise en œuvre, limitation dans les températures de mise en œuvre et force interfaciale plus faible comparée à celle obtenue avec des fibres de verre ou de carbone. Ce phénomène s'explique par la présence de groupes hydroxyl et d'autres groupes polaires qui confèrent aux fibres naturelles un caractère hydrophile [Regazzi et al., 2016], incompatible avec les matrices polymères qui sont hydrophobes. Le caractère hydrophile des renforts végétaux entraîne une absorption importante d'humidité qui est la principale raison de la faible adhésion et peut conduire à une dégradation des propriétés de l'éco-composite final [Azwa et al., 2013]. Le choix du procédé de mise en œuvre est donc crucial, afin d'optimiser les performances du matériau obtenu.

### *II.2.1 Injection*

C'est un procédé de mise en œuvre qui concerne uniquement les composites à matrice thermoplastique et à fibres courtes. Le schéma de la figure 1-3 décrit le principe de fonctionnement de la presse à injecter.

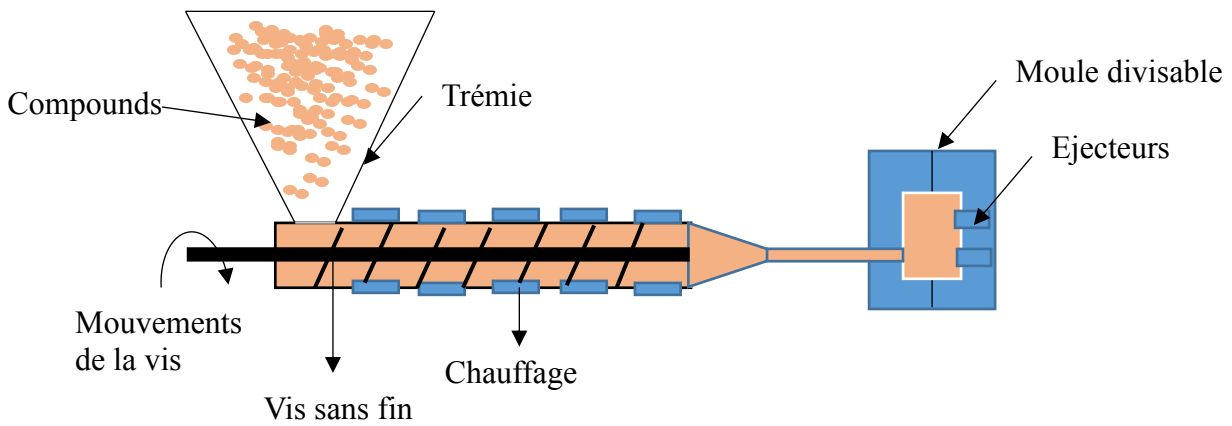


Figure 1-3 : Schéma de la presse à injecter.

Le mélange fibre et matrice est obtenu grâce à une extrudeuse permettant de fabriquer des granulés composés de résine et de fibres courtes. Ces granulés vont ensuite être injectés directement dans la trémie de la presse à injecter. La trémie ouverte, les granulés vont se déverser dans un fourreau contenant une vis sans fin qui va faire fondre la matière et la conduire vers un moule qui aura la forme de la pièce désirée. Le moule fige et cristallise la matière puis la pièce est éjectée.

### II.2.2 Resin transfer moulding (RTM) / Infusion

Cette technique est plus adaptée aux résines thermodurcissables (figure 1-4). Ce procédé se réalise généralement sous une presse équipée d'un moule à la forme voulue. Les fibres continues ou sous forme de mat sont placées dans le moule, le moule est fermé et sous pression. La résine est injectée d'un côté du moule et aspirée de l'autre côté faisant ainsi migrer la résine dans les tissus.

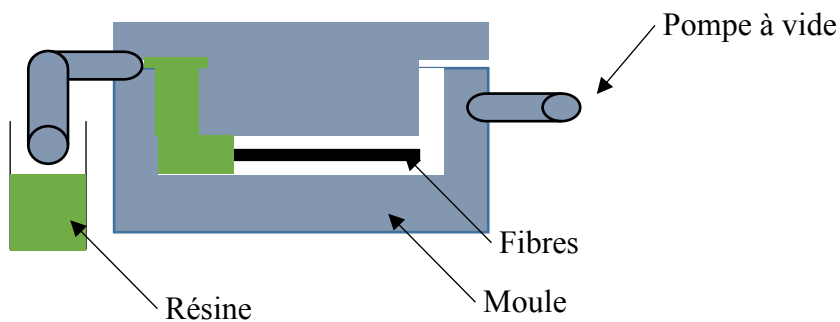


Figure 1-4 : Principe de mise en œuvre du RTM.

La technique d'infusion se base sur le même principe que la RTM. Dans ce cas, aucun moule n'est utilisé. La fibre habille une forme voulue. Une bâche en plastique ou bâche à vide est placée sur cette zone. D'un côté, la résine pénètre dans les fibres, de l'autre côté, une pompe permet d'aspirer la résine.

### II.2.3 Pultrusion

Cette technique s'adresse également aux composites thermodurcissables. Des bobines de fibres sont déroulées et passent dans un bain de résine. Une filière chauffante permet d'obtenir la forme de profilé désiré (tubes...). La matière est ensuite entraînée en dehors de la filière grâce à des rouleaux. La longueur du profilé désirée est ensuite découpée (figure 1-5).

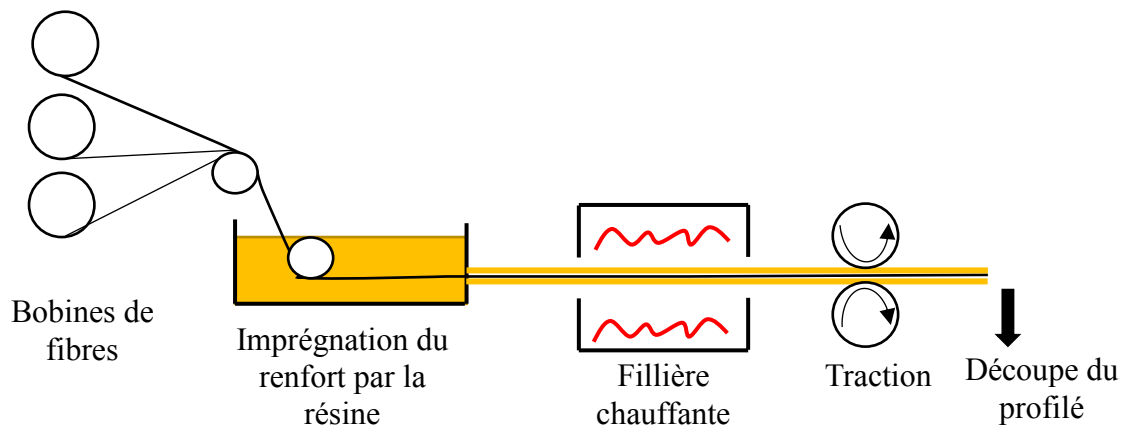
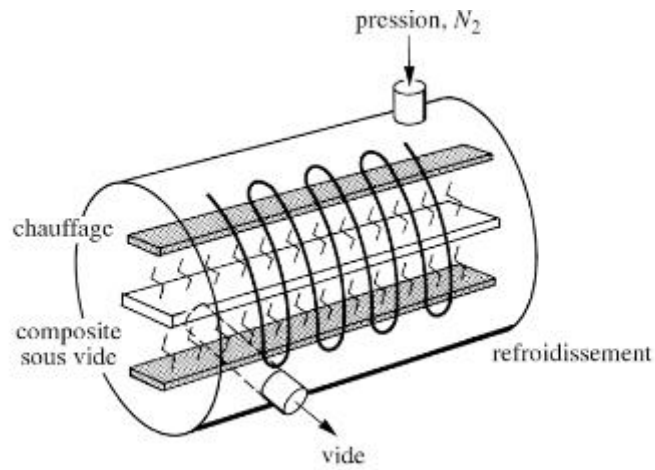


Figure 1-5 : Principe de mise en œuvre par pultrusion.

### II.2.4 Autoclave

Cette technique peut être utilisée pour les résines thermodurcissables ou thermoplastiques, avec des renforts sous forme de tissus ou de mat. Dans la plupart des cas, les fibres sont pré-imprégnées de résine.

Les pré-imprégnés habillent dans ce cas une forme (moule). Une bâche à vide va être alors déposée sur ces pré-imprégnés afin de les mettre sous pression. Ce type de moulage se fait dans un four mis sous pression. Le schéma de la figure 1-6 décrit le principe de ce type de moulage.



**Figure 1-6 : Principe du moulage par autoclave [Bourban et al., 2004].**

Cette technique permet d'obtenir des pièces de grande qualité mais n'est pas adaptée à une production à cadence élevée comme c'est le cas pour les pièces automobiles.





### **Chapitre III : Mise en œuvre par thermocompression**

La technique de moulage par thermocompression s'effectue par compression des matériaux entre deux plaques chaudes à des pressions pouvant atteindre 300 bars, permettant ainsi la mise en œuvre de pièces relativement épaisses [Chaouki, 2011]. Ce procédé est le moins énergivore parmi les procédés de mise en œuvre des composites à fibres longues et à résine thermoplastique. De plus, c'est une technique qui, hormis la pression ou la température, n'impose aucune autres sollicitations (cisaillement, flexion...) au composite. Enfin, c'est un procédé qui peut permettre de fabriquer des pièces à une cadence relativement élevée. C'est donc le procédé qui sera utilisé dans la thèse.

Les composites fabriqués par thermocompression sont soumis à trois paramètres qui sont : la pression, le temps de maintien ainsi que la température. Dans la littérature, de nombreuses études s'intéressent à l'influence de ces paramètres sur la qualité du composite produit.

Tout d'abord, il faut noter que compte tenu de la température de fusion élevée des polymères thermoplastiques, le temps de maintien effectif devra être court afin de ne pas dégrader les fibres naturelles. En effet, les résultats menés par Destaing [Destaing, 2012] permettent de déterminer les durées maximales d'exposition aux températures élevées sans préjudices pour les performances des fibres de lin. Ainsi, il a été montré que les fibres de lin peuvent subir une exposition à 200°C pendant 5 minutes ou à 160°C pendant 30 minutes sans que leurs propriétés ne soient altérées. Dans cette étude, des composites sont réalisés par un système de thermocompression Roctool®, qui permet un chauffage par induction. Les conditions de temps, pression et températures développées dans cette étude sont décrites dans la figure 1-7. Toutefois, ces conditions sont directement liées au système spécifique utilisé (Roctool) et ne peuvent donc pas s'appliquer à d'autres procédés de thermocompression.

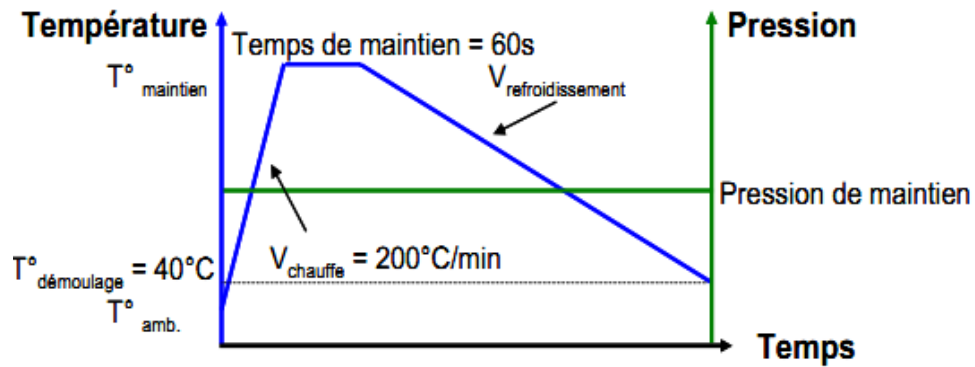


Figure 1-7 : Paramètres de thermocompression utilisés avec le système Roctool pour un composite lin/PA11 [Destaing, 2012].

Le tableau 1-3 présente une synthèse d'études bibliographiques concernant les paramètres de mise en œuvre par thermocompression d'éco-composites.

Composite	Configuration	Température	Maintien (minutes)	Pression (MPa)	Publication
Lin/PA11 Film stacking+ poudre	Renfort sec	190, 200 et 210°C	1 ou 2	3,4,6,8 ou 10	[Destaing, 2012]
Lin/PP	Renfort pré-impégné	180°C	2	10	[Mieck et al., 1996]
Lin/PLLA Film stacking	Renfort sec	190°C	1	2	[Ouagne et al., 2010]
Lin/PLA Film stacking	Renfort sec	180°C	3	10	[Gobi Kannan et al., 2012]
Chanvre/PP Film stacking	Renfort sec	195°C	4	5,5	[Chaouki, 2011]
Lin/PP	Renfort sec	190°C	20	0,5	[Miao et al., 2011]
Lin/PP Film stacking	Renfort sec	190°C	15	4	[Bos, 2004]
Lin/PP	Renfort pré-impégné	190, 200 et 210°C	3,5 ou 5		[Van de Velde et al., 2003]
Jute/PP	Renfort sec	205°C	9	0,5	[George et al., 2013]
PLA/Chanvre	Renfort pré-impégné	170,190, 210 et 230 °C	4 ou 8	1 ou 3	[Kobayashi et al., 2013]

Tableau 1-3 : Synthèse de quelques études bibliographiques concernant les paramètres de mise en œuvre par thermocompression d'éco-composites.

Le tableau 1-3 montre qu'il y a une grande diversité des paramètres utilisés pour thermoformer les éco-composites. En effet, la température varie de 170°C à 230°C, le temps de maintien de 1 à 20 minutes, et la pression de 0,5 à 10 MPa. Pour choisir les meilleurs paramètres, il est donc nécessaire d'étudier leur influence sur les propriétés résultantes du composite.

Ochi [Ochi, 2008] a par exemple étudié l'effet de la température sur les propriétés en traction d'un composite Kenaf/PLA (fibres unidirectionnelles) et a trouvé que la température optimale de mise en œuvre était de 160°C. Une température trop élevée (180°C) entraînait de moins bonnes propriétés mécaniques. Pour confirmer que la perte de propriétés mécaniques provenait de la dégradation des fibres, il a réalisé un test sur une fibre unitaire selon la norme JIS 7601 (figure 1-8).

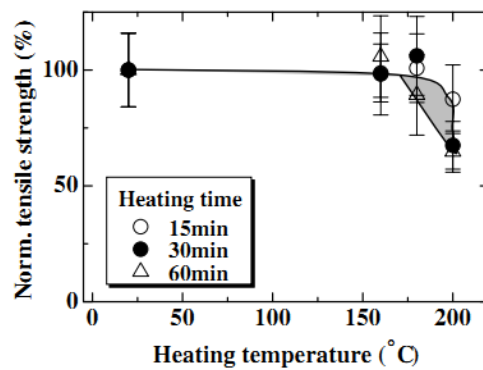


Figure 1-8 : Influence de la température sur les fibres de Kenaf [Ochi, 2008].

Bernard et al. [Bernard et al., 2011] ont étudié également l'effet de la température sur les propriétés mécaniques des composites à fibres de kenaf et ont trouvé une tendance inverse, c'est-à-dire de meilleures propriétés mécaniques lorsque le composite est mis en œuvre à 230°C plutôt qu'à 190°C. Après avoir réalisé des études de microscopie, ils montrent que cela est lié à un manque d'imprégnation des fibres par la matrice à 190°C alors qu'à 230°C, il y a une meilleure adhésion fibre/matrice. Ils réalisent également des analyses mécaniques dynamiques et ils observent une augmentation de l'angle de perte qui, selon eux, caractérise la qualité de l'interface. Ils montrent donc qu'une augmentation de la température de mise en œuvre conduit à une meilleure qualité d'adhésion fibre/matrice.

Takagi et al. [Takagi et al., 2008] ont étudié l'effet de la pression sur des composites verts. Ils ont constaté une augmentation de la résistance à la flexion et du module avec une pression plus importante. La pression amène une meilleure cohésion entre les fibres et la matrice. Rassmann et al. [Rassmann et al.,

2010] ont fait la même observation : une pression plus importante entraîne une réduction de porosités et donc une augmentation de la résistance à la traction et à la flexion. C'est aussi ce que constate Wakeman et al. [Wakeman et al., 1999] : l'augmentation du module est obtenue pour un temps de maintien plus long car le composite contient alors moins de vides. En effet en augmentant le temps de compactage, la quantité de vide diminue. Selon lui, le taux de porosités diminuerait de 1% en augmentant la pression de 10 à 40 Bars.

Kobayashi et al. [Kobayashi et al., 2013] ont déterminé l'évolution du taux de porosités d'un composite PLA/Chanvre en fonction des paramètres de mise en œuvre. Ils en déduisent que le taux de porosités augmente avec la température de mise en œuvre. Ils l'expliquent par la dégradation de la cellulose à haute température qui libérerait un gaz responsable de la création de vide au sein du composite. La dégradation des pectines a lieu plus tôt (180°C). Ils se sont ensuite intéressés à l'évolution du module et de la contrainte en fonction des conditions de mise en œuvre. Leurs résultats sont présentés dans la figure 1-9.

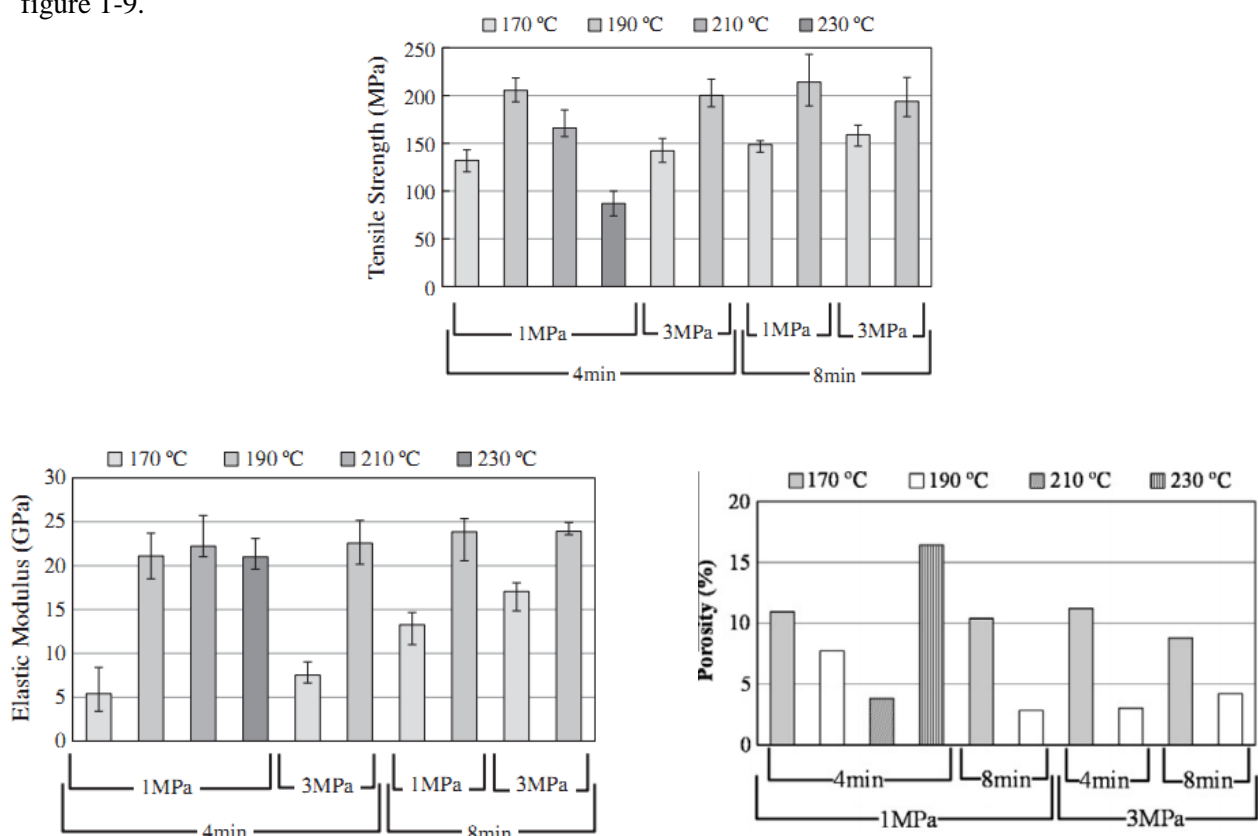


Figure 1-9 : Evolution de la contrainte, du module et du taux de porosités d'un composite chanvre/PLA en fonction des conditions de mise en œuvre [Kobayashi et al., 2013].

En ce qui concerne la contrainte, la figure 1-9 montre qu'elle augmente entre 170 et 190°C. Cela s'explique par une meilleure imprégnation des fibres à plus haute température. Mais celle-ci vient à être diminuée lorsqu'on atteint 210°C à cause de la dégradation thermique des fibres. En effet, à cette température ce sont les hémicelluloses qui se dégraderaient [Beg et al., 2008]. C'est aussi ce que constate Madsen [Madsen et al., 2012]. Outre le fait de la température, la contrainte est également affectée par la pression et le temps de maintien.

Plackett et al. [Plackett et al., 2003] ont démontré que les propriétés en traction des composites fibres de jute (mats)/PLA sont meilleures lorsque les composites sont mis en œuvre avec un temps de maintien plus court. En revanche à hautes températures l'acide polylactique (PLA) s'écoule mieux d'où une meilleure interface fibre/matrice. Les résultats de Plackett et al. sont regroupés dans la figure 1-10 et la figure 1-11.

Sample type	Process temperature (°C)	Heating time (min)	Tensile <sup>a</sup> strength (MPa)	Tensile <sup>a</sup> stiffness (GPa)	Elongation <sup>a</sup> at max. stress (%)
PLA	190	10	55 (0.5)	3.5 (0.1)	2.1 (0.1)
PLA/jute <sup>b</sup>	180	10	72.7 (2.3)	8.1 (0.4)	1.5 (0.0)
PLA/jute <sup>b</sup>	190	3	89.3 (3.6)	8.5 (0.6)	1.8 (0.1)
PLA/jute <sup>b</sup>	200	3	93.5 (1.1)	8.7 (0.0)	1.6 (0.1)
PLA/jute <sup>b</sup>	210	3	100.5 (0.4)	9.4 (0.2)	1.6 (0.1)
PLA/jute <sup>b</sup>	220	3	98.5 (3.3)	9.5 (0.5)	1.5 (0.1)

Figure 1-10 : Evolution des propriétés en fonction des conditions de mise en œuvre sur des composites Jute/PLA [Plackett et al., 2003].

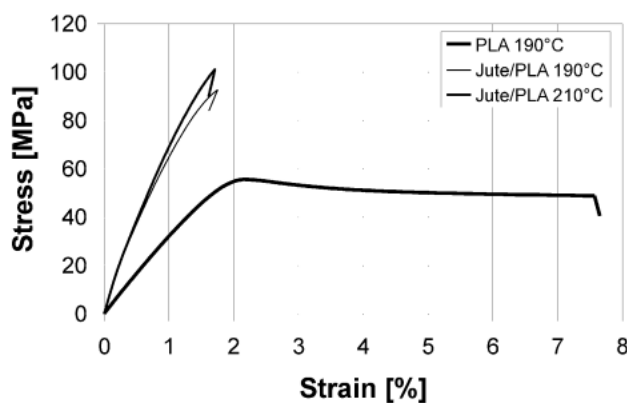
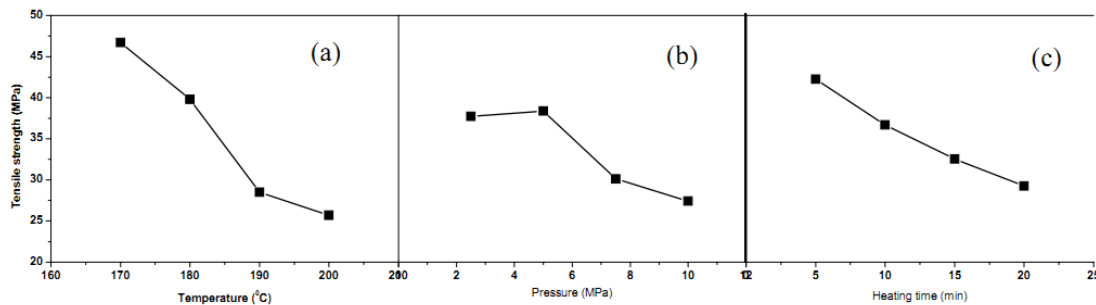


Figure 1-11 : Courbe contrainte déformation à 190°C et 210 °C [Plackett et al., 2003].

La figure 1-11 [Plackett et al., 2003] montre qu'il est possible d'augmenter la contrainte à la rupture de 50 à 100 MPa et de doubler la rigidité en traction du polylactide par incorporation de mats de fibres de

jute et en utilisant une température de chauffage de 210°C. Un résultat équivalent a été obtenu lorsque la température de chauffage a été portée à 220°C, ce qui est bien au-dessus de la température recommandée pour le polylactide.

Selon Kiran et al. [Kiran et al., 2011], qui ont étudié des composites Jute/PLA, une plus grande température de mise en œuvre conduit à une réduction irréversible de la résistance des fibres (figure 1-12a).



**Figure 1-12 : Evolution de la résistance à la traction de composites Jute /PLA en fonction des paramètres de mise en œuvre [Kiran et al., 2011].**

La figure 1-12b présente l'effet de la pression sur la résistance à la traction. Une résistance à la traction maximale est observée à 50 bars. Des pressions de mise en œuvre plus élevées réduisent la résistance à la traction en endommageant les fibres. La figure 1-12c illustre l'influence du temps de chauffage sur la résistance à la traction. Une durée de chauffage plus importante conduit également à une meilleure imprégnation des fibres dans la matrice. Contrairement aux attentes, la résistance à la traction diminue avec une augmentation du temps de chauffage. Cela est interprété par les auteurs comme étant dû à la dégradation des fibres.

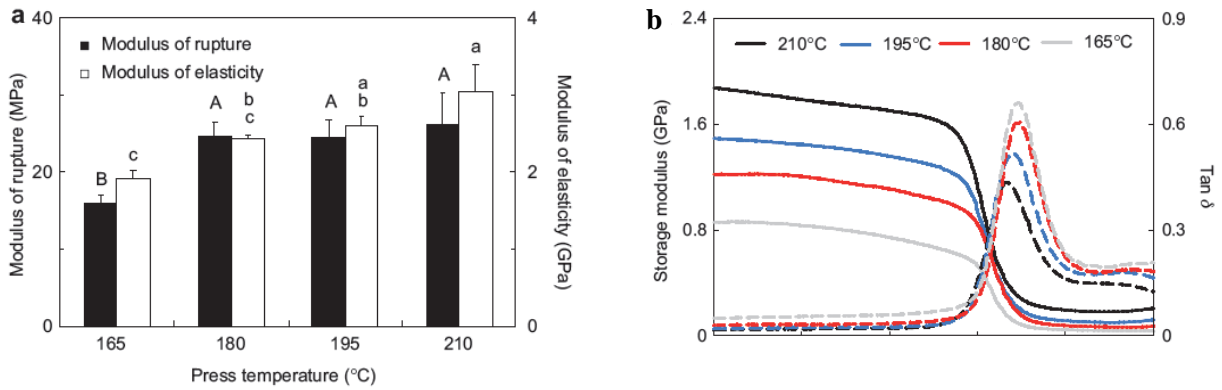
Selon Brahmia [Brahmia, 2007], la thermocompression fait intervenir une phase de compactage pendant laquelle le polymère cristallisera à haute pression. Les études sur la cristallisation des polymères semi-cristallins sous pression ont montré que cette dernière augmente la température de fusion et la température de cristallisation. En effet, il peut être observé que le point de transition (correspondant à la température de cristallisation) se décale vers les hautes températures, quand la pression augmente. Ce décalage est interprété par une augmentation de la température de fusion thermodynamique du polymère avec la pression. Une étude a été réalisée par Majewski sur du Polyamide 12 seul [Majewski et al.,

2008]. Il corrèle ses résultats d'analyse calorimétrique différentielle (DSC) avec des images de microscopie. Il mesure deux pics différents de DSC sur deux échantillons pris à deux endroits de la plaque du Polyamide 12 seul. Grâce à ses observations microscopiques, il voit qu'il y a deux zones dans son analyse : l'une où le polymère a bien fondu et cristallisé, l'autre où le polymère n'a pas fondu et est toujours sous forme de poudre. Il remarque également qu'une augmentation de la teneur cristalline conduit à une augmentation de la résistance à la traction et de la rigidité. Une autre étude menée sur du Polyhydroxybutyrate (PHB) arrive aux mêmes conclusions [El-hadi et al., 2002].

Georges et al. étudient un Chanvre/Polypropylène (PP). Ils constatent que la température de cristallisation augmente de 111,2 à 119,5°C lorsque la fibre de jute est incorporée dans la matrice de PP. Cette augmentation est due au fait que les fibres de jute ajoutées agissent comme agent de nucléation et accélèrent ou favorisent le processus de cristallisation d'où une augmentation du taux de cristallisation et de la température de cristallisation [George et al., 2013]. Ce phénomène s'appelle la transcristallinité.

Wu et al. étudient l'effet de la température sur les propriétés thermiques et physico-chimiques d'un composite Bambou/PLA. Ils constatent que la cristallinité augmente de 2,2 à 21% en augmentant la température de mise en œuvre de 165 à 210°C. Les propriétés mécaniques augmentent également avec la pression de mise en œuvre (figure 1-13a) [Wu et al., 2013]. Ils réalisent également une étude d'analyse mécanique dynamique. Le module de stockage  $E'$  augmente avec la température (figure 1-13b). Dans le même temps, le pic du facteur de perte  $\tan \delta$  diminue avec l'augmentation de la température de pressage (figure 1-13b). Ils expliquent ces phénomènes par une meilleure interaction fibre/matrice lorsque le composite est élaboré à haute température.





**Figure 1-13 : Evolution de la contrainte et du module en traction (a) et évolution du facteur de perte et du module de stockage (b) en fonction de la température de mise en œuvre pour un composite Bambou/PLA [Wu et al., 2013].**

On voit à travers ces différentes études que l'influence des paramètres de mise en œuvre (température, pression, temps de maintien) varie selon les matériaux utilisés et le moyen d'élaboration employé. Il sera donc nécessaire, pour notre travail, de commencer par réaliser une optimisation de ces paramètres.

## Chapitre IV : Caractérisation mécanique et endommagement

Ce chapitre a pour but dans un premier temps, de cibler les caractéristiques mécaniques des éco-composites. Puis, dans un second temps, de présenter les travaux de la littérature qui décrivent les mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites.

### VI.1 Caractérisation mécanique

Le tableau 1-3 regroupe les caractéristiques mécaniques en traction d'éco-composites à fibres longues trouvées par différents auteurs. Les essais ont été réalisés dans la direction longitudinale (direction des fibres de chaîne). Ces composites ont été, dans tous les cas, obtenus par thermocompression.

Composites	Taux de fibres	Contrainte à la rupture (MPa)	Module d'Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Auteurs
PLA/PBS (fibre synthétique)		30	1,5	20	[Jia et al., 2014]
Sisal/HDPE		70			[Herrera-Franco et al., 2004]
Lin/PP	42% vol	251,1	26,9		[Madsen et al., 2003]
Chanvre/PLA	40% masse	60			[Graupner et al., 2009]
Kraft softwood/PLA	50% masse	120	10		[Du et al., 2014]
Lin/PP	50% masse	76,24	10,71	2,08	[Huang et al., 2008]
Chanvre/PLA	53% masse	210	22		[Kobayashi et al., 2013]
Bambou/PLA	51% masse	78	1,75	15	[Porras et al., 2012]
Lin/HDPE	30% vol	41,6			[Singleton et al., 2003]
Lin/PLA	40% vol	72	13		[Nassiopoulos et al., 2015]
Lin/PA11	50% vol	215		0,75%	[Destaing, 2012]

Tableau 1-4 : Caractéristiques mécaniques en traction d'éco-composites obtenues par différents auteurs.

La plupart de ces auteurs ont élaboré leurs composites par la méthode du « film stacking » en alternant couches de fibres et couches de polymères sauf Huang et Kobayashi [Huang et al., 2008; Kobayashi et al., 2013] qui utilisent des composites comêlés dans lesquelles les fibres de polymères sont torsadées avec des fibres naturelles.

Les fibres naturelles les plus employées sont le lin ou encore le chanvre. Ces fibres sont toutes associées à des résines thermoplastiques qui sont dans la plupart des cas du PLA ou du PP.

D'après ces caractéristiques mécaniques, il est à noter que ces propriétés mécaniques sont très variables et dépendent fortement du taux de fibres incorporé dans le composite. Aussi, dans la littérature, peu d'études concernent les caractéristiques mécaniques en compression et en flexion des éco-composites obtenus par film stacking.

#### IV.2 Mécanismes d'endommagement dans les composites

Pendant les essais quasi-statiques, plusieurs auteurs ont recours à l'émission acoustique afin d'investiguer l'endommagement des composites. Chaque mécanisme d'endommagement libère une énergie résultant de modifications microstructurales. Une partie de cette énergie est enregistrée sous forme d'ondes d'émission acoustique (salves), et chaque salve correspond à un évènement physique dans le matériau. Cette salve a plusieurs caractéristiques : amplitude, énergie, durée ...

Les auteurs classent généralement les salves par deux méthodes : soit en utilisant une analyse paramétrique conventionnelle soit en utilisant des outils d'analyse statistiques multivariées [Hamdi, 2012]. La première se base sur une classification en utilisant un seul paramètre (énergie, fréquence ou amplitude) ; la seconde se base sur la classification de signaux en se basant sur plusieurs descripteurs et en trouvant des similitudes entre chacun des descripteurs soit à partir d'une base de données qui a été établie par des modes d'endommagement connus : on parlera de méthode supervisée, soit en trouvant des similarités entre les différents évènements : on parlera de méthode non-supervisée. Les évènements sont alors divisés en plusieurs catégories. Chaque catégorie est associée à un mécanisme d'endommagement dans le composite : la fissuration matricielle, le frottement fibre/matrice, la décohésion interfaciale, le délaminage et les ruptures de fibres. Certains auteurs classifient les

évènements acoustiques en se basant sur l'amplitude des salves. Par exemple, Bravo et al. [Bravo et al., 2013] étudient des composites Bois/LLDPE mis en œuvre par injection. Ils observent quatre mécanismes d'endommagement. A faible amplitude, ils notent deux mécanismes provenant de l'endommagement de la matrice qui sont la micro-fissuration de la matrice (35-45 dB) ainsi que le frottement matrice/matrice (40-55 dB). La décohésion des fibres peut être observée à des gammes d'amplitudes comprises entre 45 et 60 dB. Enfin, il note une plage d'amplitude plus étendue entre 55 et 85 dB qui correspondrait au frottement fibre/matrice. Bonnafous et al. [Bonnafous et al., 2009] étudient des composites tissés chanvre/epoxy en réalisant une analyse multiéchelle. Ils analysent séparément les fibres ainsi que la matrice, puis le composite chanvre/epoxy dans lequel ils retrouvent les mêmes gammes d'amplitude que celles obtenues pour chaque constituant auxquelles s'ajoute une gamme intermédiaire correspondant à la décohésion fibre matrice. Ils obtiennent des gammes d'amplitude basses pour la résine : 50-57 dB, puis une décohésion fibre/matrice entre 54 et 64 dB et la rupture des renforts entre 64 et 72 dB. Romhany et al. [Romhany et al., 2003] étudient les mécanismes d'endommagement se produisant uniquement dans les renforts de lin. Ils observent trois mécanismes propres aux fibres qui sont le déchaussement des fibres entre elles qui se produit à des amplitudes inférieures à 35 dB, une rupture transverse des fibres entre 35 et 60 dB ainsi que des ruptures longitudinales des fibres à des gammes d'amplitudes supérieures à 60 dB. Elouaer et al. [Elouaer et al., 2009], qui s'intéressent à des composites chanvre/PP, trouve quatre mécanismes de rupture : une fissuration matricielle intervenant entre 40 et 55 dB, une décohésion interfaciale entre 60 et 65 dB, le déchaussement interfaciale entre 65 et 80 dB et enfin, la rupture des fibres entre 85 et 95 dB. Dans sa thèse, Destaing étudie des composites lin/Polyamide 11 [Destaing, 2012] : elle teste ces composites dans le sens longitudinal et à +/- 45°. Elle obtient cinq mécanismes d'endommagement : fissuration matricielle, frottement fibre/matrice et fibre/fibre, décohésion, délaminage et rupture des fibres à des gammes d'amplitudes respectives de 40-50, 45-55, 50-60, 55-65 et 65-80 dB.

En ce qui concerne les composites synthétiques, on peut citer Albouy et al. [Albouy et al., 2014] qui s'intéressent à des composites à base de thermoplastique et à fibres de carbone dans lesquelles ils observent deux mécanismes liés à la matrice qui sont la micro-fissuration ainsi que le frottement

matrice/matrice à des plages d'amplitudes respectives de 33-45 et 45-57 dB. Une décohésion fibre/matrice est observée entre 57 et 70 dB, des frottements fibres/matrices entre 70 et 85 dB ainsi qu'une rupture des fibres à des amplitudes supérieures à 85 dB. Liu et al. [Liu et al., 2012] étudient des composites à fibres de carbone. Ils observent des amplitudes de 40 à 60 dB pour la matrice, de 50 à 70 dB pour l'interface, entre 60 et 80 dB pour le délaminage et entre 80 et 100 dB pour la rupture des fibres. Enfin, dans sa thèse, Hamdi [Hamdi, 2012] attribue des formes d'ondes à chaque mécanisme d'endommagement dans des composites verre/époxy. La forme d'onde A correspond à la fissuration de la matrice, la forme d'onde B correspond à la décohésion, la forme d'onde C correspond à la rupture fibre/matrice et la forme d'onde D correspond au délaminage du composite. Les caractéristiques des formes d'onde sont détaillées dans la figure 1-14

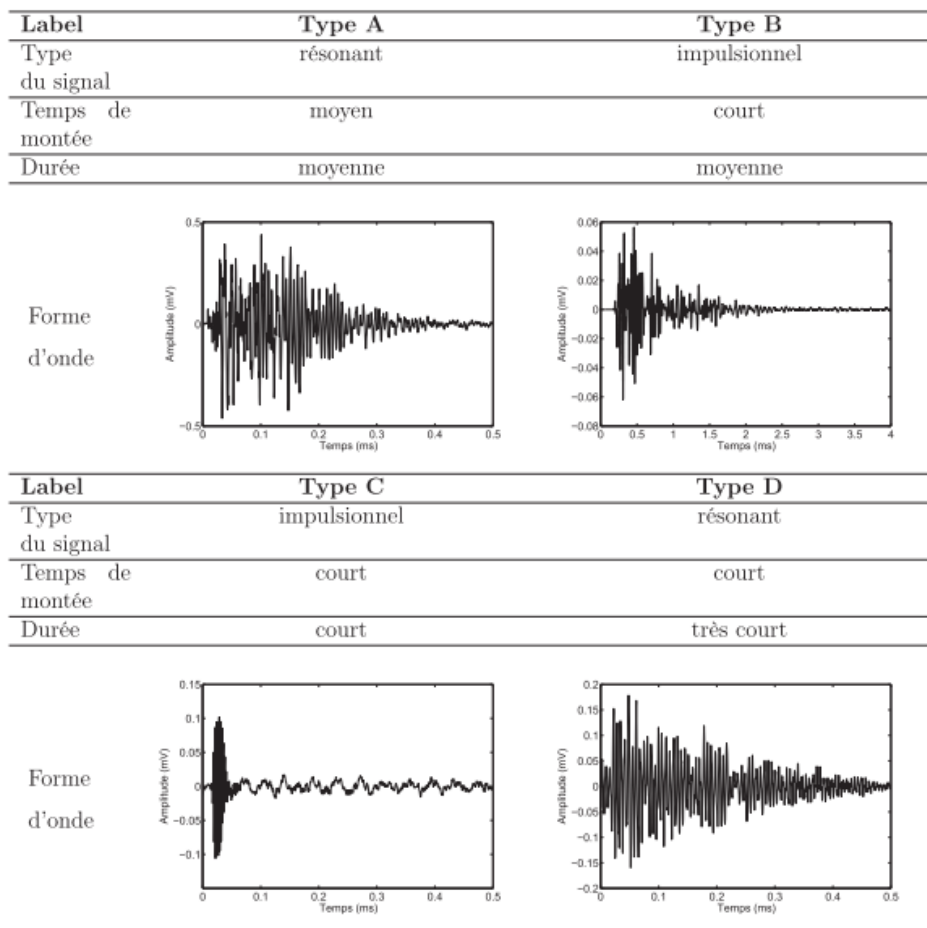


Figure 1-14 : Caractéristiques et formes d'ondes établies par Hamdi [Hamdi, 2012].

Le tableau 1-5 regroupe les plages d'amplitude attribuées à chacun des phénomènes dans différents composites étudiés dans la littérature.

<b>Auteurs</b>	<b>Matrice</b>	<b>Interface</b>	<b>Fibres</b>
Bois/LLDPE [Bravo et al., 2013]	<i>Micro-fissuration [35-45] dB</i> <i>Frottement matrice/matrice [40-57] dB</i>	<i>Décohésion [45-60] dB</i> <i>Frottement fibre/matrice [55-85] dB</i>	
Chanvre/Epoxy [Bonnafoous et al., 2009]	<i>Micro-fissuration [50-57] dB</i>	<i>Décohésion [54-64] dB</i>	<i>Rupture [64-72] dB</i>
Fibres de lin [Romhany et al., 2003]			<i>Décohésion Rupture [<math>&lt; 35</math>] dB</i> <i>Fissuration transverse [35-60] dB</i> <i>Rupture longitudinale [<math>&gt;60</math>] dB</i>
Chanvre/PP (Elouaer et al., 2009)	<i>Fissuration [40-55] dB</i>	<i>Décohésion [60-65] dB</i> <i>Déchaussement [65-85] dB</i>	<i>Rupture [85-95] dB</i>
Lin/Polyamide11 [Destaing, 2012]	<i>Fissuration [40-50] dB</i>	<i>Frottement [45-55] dB</i> <i>Décohésion [50-60] dB</i>	<i>Délaminage [55-65] dB</i> <i>Rupture [65-80] dB</i>
Carbone/thermoplastique [Albouy et al., 2014]	<i>Micro-fissuration [33-45] dB</i> <i>Frottement matrice/matrice [45-57] Db</i>	<i>Décohésion [57-70] dB</i> <i>Frottements fibre/matrice [70-85] dB</i>	<i>Rupture [<math>&gt;85</math>] dB</i>
Carbone/Epoxy [Liu et al., 2012]	<i>Fissuration [40-60] dB</i>	<i>Décohésion [50-70] dB</i>	<i>Délaminage et déchaussement [60-80] dB</i> <i>Rupture [80-100] dB</i>
Verre/Epoxy [Hamdi, 2012]	<i>Fissuration [50-70] dB</i>	<i>Décohésion [55-80] dB</i>	<i>Délaminage [55-70] dB</i> <i>Rupture [70-100] dB</i>

**Tableau 1-5 : Mécanismes d'endommagement et gammes d'amplitude identifiés par différents auteurs.**

Cette partie bibliographique nous permet d'identifier les principaux mécanismes d'endommagement dans différents types de composites. D'après le tableau 1-5, on peut identifier les principales gammes

d'amplitude : les mécanismes provenant de la matrice interviennent à faible amplitude (40-55 dB), les mécanismes provenant des interfaces (déchaussement fibre/matrice ou délaminage) se situent en général entre 60 et 85 dB et les mécanismes provenant des fibres ont lieu à des gammes d'amplitudes supérieures à 85 dB.

## **Chapitre V : Impact et post-impact**

Le but de ce chapitre est de présenter les études bibliographiques sur le comportement à l'impact des composites et sur leurs propriétés résiduelles post-impact.

### **V.1 Impact**

#### *V.1.1 Généralités*

L'impact à faible vitesse ou faible énergie est étudié par de nombreux auteurs. Ce type d'impact peut être induit par la chute d'objets et est le plus néfaste pour les matériaux composites. En effet, les dommages créés peuvent être invisibles à l'extérieur mais peuvent conduire à des propriétés résiduelles catastrophiques [Dhakal et al., 2012]. Afin de reproduire ce qui peut se passer dans des conditions d'utilisations, les tests sont réalisés le plus souvent avec des tours de chute munies d'impacteur. Différents paramètres peuvent modifier la réponse des composites à l'impact [González et al., 2011]. En effet, l'influence des conditions environnementales peut être étudiée : l'effet de la température [Suresh Kumar et al., 2015], l'effet de l'humidité [Ahmad et al., 2016] ou des conditions aux limites. L'influence de la forme, de la taille ou de la masse de l'impacteur [Dhakal et al., 2012] peut être également étudiée, ainsi que l'influence de l'énergie investie [Akil Hazizan et al., 2002; Atas et al., 2008; Bull et al., 2015; Hufenbach et al., 2011; Karakuzu et al., 2010; Lopes et al., 2015]. Enfin, la résistance à l'impact peut également être influencée par l'épaisseur [Evcı, 2015; Rajaneesh et al., 2014] ou l'effet de la densité [Ma et al., 2016; Mei et al., 2016].

A faible énergie et faible vitesse, la courbe représentant la force appliquée au composite en fonction du déplacement de l'impacteur a une allure bien spécifique comme montré sur la figure 1-15.



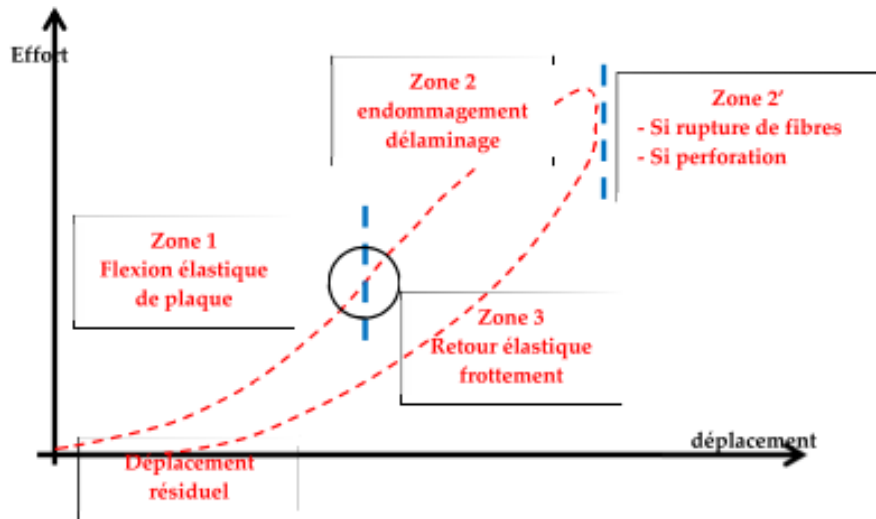


Figure 1-15 : Comportement effort-déplacement de plaques à faible énergie et faible vitesse [Lachaud, 2011].

On voit sur la figure 1-15, que la zone 1 correspond à la partie élastique linéaire du composite, puis dans la zone 2 peuvent apparaître des phénomènes liés à la rupture de la matrice ou au délaminage du composite. Ensuite, peut avoir lieu une chute brutale de l'effort causée par une perforation ou une rupture des fibres. Enfin apparaît en zone 3 le retour élastique [Lachaud, 2011].

On peut ainsi corréler l'avancement de l'impacteur dans la plaque avec le diagramme force-déplacement [Atas et al., 2008].

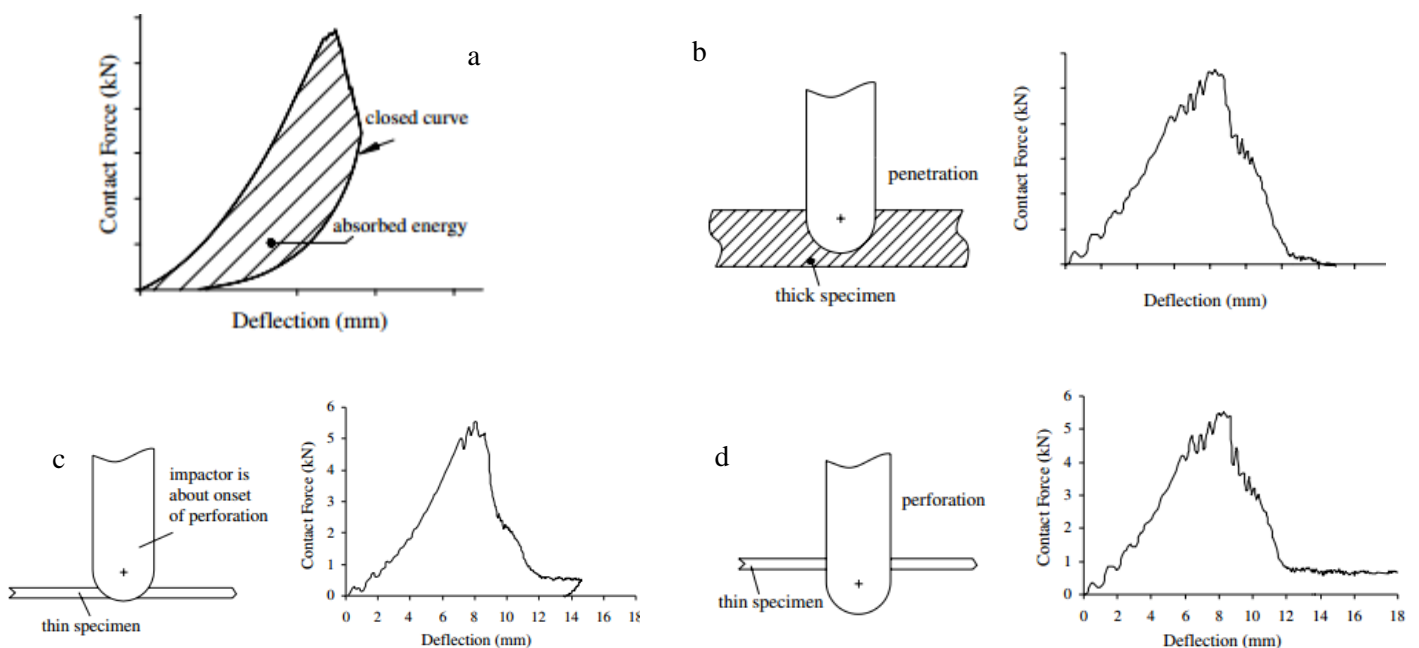


Figure 1-16 : Allure des courbes force/déplacement dans le cas d'un composite non perforé (a), dans le cas où l'impacteur pénètre dans la plaque (b) et dans le cas de l'initiation de la perforation (c) et dans le cas d'une perforation complète du composite (d).

### *V.1.2 Influence de la séquence d'empilement*

L'effet de la séquence d'empilement pendant un essai d'impact a été étudié par de nombreux auteurs, en particulier sur les composites à fibres synthétiques. Hitchen et al. s'intéressent par exemple à un composite carbone/époxy [Hitchen et al., 1995]. Ils étudient 6 types de composites à base de 16 plis de carbone/époxy en alternant les couches à  $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $+45^\circ$  et  $-45^\circ$ . Ils relèvent que le principal mode d'endommagement qui intervient lors de l'impact est le délaminage. Pour augmenter la résistance au délaminage, ils montrent qu'il faut alterner les couches afin d'éviter les successions de couches similaires et mettre des couches à  $\pm 45^\circ$  en surface du composite. Ils démontrent que la séquence d'empilement influence fortement la forme et la taille du délaminage. De plus, lors d'essai de compression après impact, ils montrent que plus la zone endommagée est étendue et plus la contrainte résiduelle diminue.

Aktas et al. [Aktaş et al., 2013] s'intéressent à des composites verre/époxy en alternant des couches de fibres de verre tissées et tricotées. Ils obtiennent une meilleure tenue à l'impact en mettant des couches de fibres de verre tissées en surface du composite.

Evci [Evci, 2015] compare également des composites verre/polyester unidirectionnels et tissés  $0^\circ/90^\circ$ . Les composites unidirectionnels possèdent une plus grande sensibilité à l'impact.

Quaresimin et al. (Quaresimin et al., 2013) s'intéressent pour leur part à l'influence de la séquence d'empilement de composites carbone/époxy unidirectionnels et alternés  $0^\circ/45^\circ$ . Ils observent la présence après impact de délaminages aux interfaces  $0^\circ$  et  $45^\circ$  alors qu'il n'y en a pas dans les composites unidirectionnels. Ils démontrent aussi que la capacité d'absorption d'un composite dépend de la séquence d'empilement. Cette capacité se trouve augmentée en augmentant le nombre d'interfaces entre les plis à  $0^\circ$  et à  $45^\circ$ .

Très peu d'études concernant l'influence du drapage sur le comportement à l'impact des éco-composites. Par exemple, Caprino et al. [Caprino et al., 2015], étudient le comportement de composites chanvre/époxy avec deux types de tissus différents : unidirectionnel et bi-directionnel. Ils montrent que le composite unidirectionnel subit un endommagement plus sévère que le composite bi-directionnel.

### *V.1.3 Etudes de l'impact sur éco-composites*

En ce qui concerne les composites à fibres naturelles, plusieurs études s'intéressent à leur comportement à l'impact. On peut citer par exemple Dhakal et al. [Dhakal et al., 2007, 2012] qui étudient des composites chanvre/Polyester. Ils utilisent trois types d'impacteur à quatre énergies d'impact différentes. Ils montrent que l'endommagement est plus important avec un impacteur de forme conique plutôt qu'avec un impacteur hémisphérique. Dans une seconde étude, ils montrent que l'augmentation du taux volumique de fibres permet d'améliorer la résistance à l'impact.

De Vasconcellos et al. étudient des composites tissés chanvre/époxy [De Vasconcellos et al., 2014] qui sont impactés à 2,5, 5 et 10 Joules. Ils réalisent ensuite des essais de traction post-impact et montrent que l'augmentation de l'énergie d'impact entraîne une baisse de la contrainte résiduelle en traction mais ne modifie pas la valeur du module d'Young.

Scarponi et al. [Scarponi et al., 2016] étudient la substitution d'une résine epoxy par une résine bio-époxy dans des composites à base de fibres de chanvre. Les auteurs concluent que la résine bio offre au composite les mêmes propriétés à l'impact que la résine conventionnelle.

### *V.1.4 Méthodes non destructives*

Plusieurs techniques (à l'échelle macro ou micro) peuvent être utilisées afin d'investiguer et de contrôler l'état interne ou externe du composite après impact.

Ramakrishnan et al. [Karthik Ram Ramakrishnan et al., 2016] étudient le comportement à l'impact de 6 à 21 J de composites comelés lin/PP. Ils utilisent une caméra rapide pour étudier l'influence de l'impact sur l'endommagement des composites.

Par exemple, Dhakal et al. [Dhakal et al., 2012] observent les endommagements après impact dans des composites chanvre/polyester grâce à un contrôle par ultrasons. Cette technologie permet de détecter l'endommagement interne des composites. Les auteurs démontrent que l'impact n'agit pas que localement mais que la zone aux alentours de la zone impactée est également endommagée. Grâce à des clichés pris par microscope électronique, ils montrent également que les mécanismes

d'endommagement prédominants sont la fissuration matricielle, la rupture des fibres ainsi que le déchaussement des fibres.

Reis et al. [Reis et al., 2012] quant à eux, s'intéressent à des composite Kevlar/époxy et étudient l'influence de charges (liège, argile) sur le comportement à l'impact. Ils observent les endommagements également grâce à des mesures par ultrasons. Ils déterminent ensuite les résistances résiduelles en compression et montrent que c'est l'ajout de nano-charges d'argile qui permet au composite de mieux résister à l'impact.

Plusieurs auteurs utilisent la technique de la micro-tomographie pour étudier l'endommagement des composites. En effet, cette technique qui permet de reconstituer l'image de l'échantillon en 3D, permet d'analyser le scénario d'endommagement lié à l'impact. Bull et al. [Bull et al., 2015] comparent, avec cette technique, l'endommagement créé dans un composite carbone/epoxy par deux techniques : une indentation quasi statique et un impact faible énergie. Ils associent ensuite les observations de micro-tomographie à des C-scan et à l'étude des courbes d'impact pour analyser les endommagements.

## V.2 Post-impact

De nombreux auteurs se sont intéressés aux propriétés résiduelles des composites après impact.

### *V.2.1 Composites à fibres synthétiques*

En ce qui concerne les composites à fibres synthétiques, on peut citer par exemple Vieille et al. [Vieille et al., 2014] qui étudient les propriétés en compression après impact de trois types de composites à base de fibres de carbone : deux composite à matrices thermoplastiques (PPS et PEEK) et un composite à résine thermodurcissable (Epoxy). Ils réalisent des tests d'impact avec des énergies de 6, 10,5, 17 et 25 Joules. Ils suivent les essais de compression grâce à la stéréo-corrélation d'images. Ils montrent qu'à faible énergie c'est le composite à base de PEEK qui perd le plus brutalement ses propriétés mécaniques, et après un impact de 25 Joules, tous les composites étudiés ont les mêmes contraintes résiduelles.

### *V.2.2 Composites hybrides*

D'autres auteurs se sont intéressés aux composites hybrides. Par exemple, De Rosa et al. [De Rosa et al., 2009] étudient deux types de composites hybrides à fibres de basalte et kéna. Ils déterminent les propriétés résiduelles post-impact par des essais de flexion couplés avec des mesures par émission acoustique. Ils montrent qu'un plus grand nombre d'évènements acoustiques est enregistré pour le composite ayant subi le plus d'endommagements lors de l'impact.

Petrucci et al. [Petrucci et al., 2015] étudient des composites hybrides à base de fibres de basalte, chanvre, lin et verre. Ils analysent les propriétés résiduelles des composites également par des essais de flexion suivi par émission acoustique. Ils montrent que le composite hybride lin/chanvre/basalte est celui qui résiste le mieux à l'impact mais qui se délamine le plus lors des essais de flexion post-impact.

### *V.2.3 Eco-composites*

Enfin, concernant les composites à fibres végétales, on peut citer les études de Salleh et al. [Salleh et al., 2014] sur la contrainte résiduelle en traction d'un composite kenaf/polyester. Après un impact de 4 joules, ces composites perdent la moitié de leurs propriétés en traction : contrainte à la rupture et module d'Young. Ces auteurs étudient également l'influence de la présence d'un trou au centre de l'éprouvette de 1 à 16 mm de diamètre. Ils observent une perte équivalente à la moitié des propriétés mécaniques, pour un trou de 8 mm.

Dans l'étude présentée par Santulli [Santulli, 2001], des tests de traction post-impact sont réalisés sur des composites jute/Polyester. Les impacts sont effectués avec différentes énergies de 5, 7,5, 10 et 15 Joules. L'auteur observe une diminution de la contrainte résiduelle de traction de quasiment 50 % dès 5 joules puis cette perte reste identique jusqu'aux impacts à 15 Joules ; cependant le module d'Young résiduel n'est pas affecté par l'impact. Il associe ces mesures avec de l'émission acoustique et montre que le début de la manifestation acoustique varie selon l'énergie d'impact appliquée : plus l'énergie d'impact est élevée, et plus tôt se manifestent les évènements acoustiques.

Une autre étude effectuée par Liang et al. [Liang et al., 2015] concerne des composites lin/epoxy. Les auteurs réalisent des impacts à faible énergie (de 2 à 10 Joules). Ils étudient leur comportement en

compression après impact dans deux directions de sollicitation :  $[0/90/45/-45]_2s$  et  $[90/0/-45/45]_2s$ . A 10 joules, ils observent que, par rapport à la résistance en compression avant impact, la contrainte résiduelle est de 30 % pour la première séquence d'empilement et de 15% pour la seconde.

#### V.2.4 Modélisation numérique

D'un point de vue de la simulation numérique, beaucoup d'auteurs s'intéressent à la modélisation de l'impact [Bouvet et al., 2009] mais peu d'auteurs s'intéressent à la modélisation post-impact. Le modèle qu'utilise Yan et al. [Yan et al., 2010] est présenté sur la figure 1-17. Pour étudier les propriétés résiduelles en compression, les auteurs construisent une zone circulaire au milieu de l'éprouvette et analysent la propagation de l'endommagement autour de cette zone. Un chargement vertical est appliqué à la surface du composite. Ils utilisent des critères de rupture de pli et rupture interlaminaire.

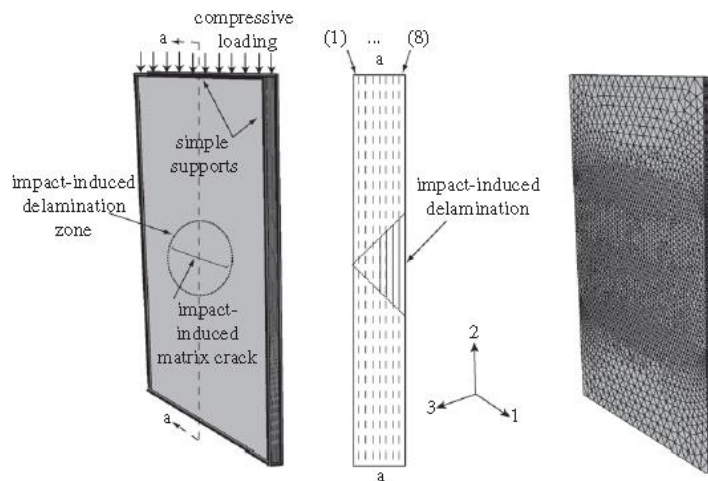


Figure 1-17 : Modèle numérique établi par Yan et al. [Yan et al., 2010].

D'autres auteurs étudient les propriétés résiduelles en traction. C'est le cas par exemple de Wang et al [Wang et al., 2011] qui étudient deux types de composites :  $[0/90]_s$  et  $[\pm 45^\circ]_s$ . Le maillage utilisé est présenté dans la figure 1-18. Ils utilisent aussi un déplacement vertical à la surface du composite pour mesurer les propriétés résiduelles du composite. Ils utilisent les critères de rupture de Hashin et Yeh. Ils concluent grâce à l'étude des contraintes résiduelles en traction que c'est le composite  $[\pm 45^\circ]_s$  qui perd le moins ses propriétés mécaniques.

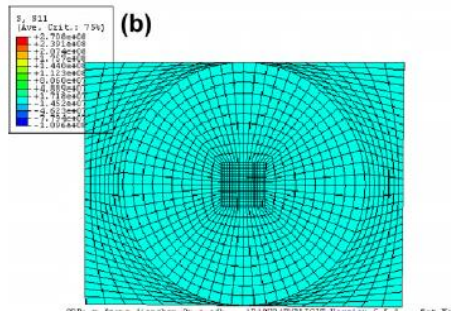


Figure 1-18 : Maillage réalisé par Wang et al. [Wang et al., 2011].

## **Bilan de la partie 1**

Cette partie bibliographique a permis de faire le point sur les différents procédés de mise en œuvre qui peuvent être utilisés pour élaborer les éco-composites. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés à la thermocompression et à l'influence des paramètres (température, temps de maintien et pression) sur les propriétés des composites. Une des techniques les plus utilisées pour suivre l'endommagement des composites est l'émission acoustique. Une présentation de travaux utilisant cette technique a donc été réalisée. Enfin des études traitant du comportement des composites à l'impact et au post-impact ont été présentées avec une approche expérimentale ou numérique.





## Partie 2 : Matériaux et description des techniques de caractérisation



## **Introduction de la partie 2**

Cette partie vise à décrire, dans un premier temps, les deux constituants de l'étude c'est-à-dire la matrice Polyamide 11 et les renforts naturels en fibres de lin. Ensuite, seront présentés la technique de mise en œuvre ainsi que les moyens de caractérisation utilisés pour identifier les propriétés des constituants initiaux. Les moyens utilisés pour réaliser des essais mécaniques seront ensuite décrits puis les techniques de caractérisations microstructurales. Enfin, les techniques non-destructives utilisées pour analyser les mécanismes d'endommagement du composite seront également présentées.



## Chapitre I : Matériaux

Les fibres de lin seront décrites dans un premier temps avant de détailler le Polyamide 11.

### I.1 Fibres de lin

Parmi les fibres végétales, le lin est une fibre très résistante au vu de sa densité. De plus, la majorité de la culture linière est locale car elle se fait en Europe et en France contrairement à celle d'autres fibres naturelles. Ce sont les raisons pour lesquelles le lin sera utilisé dans cette étude.

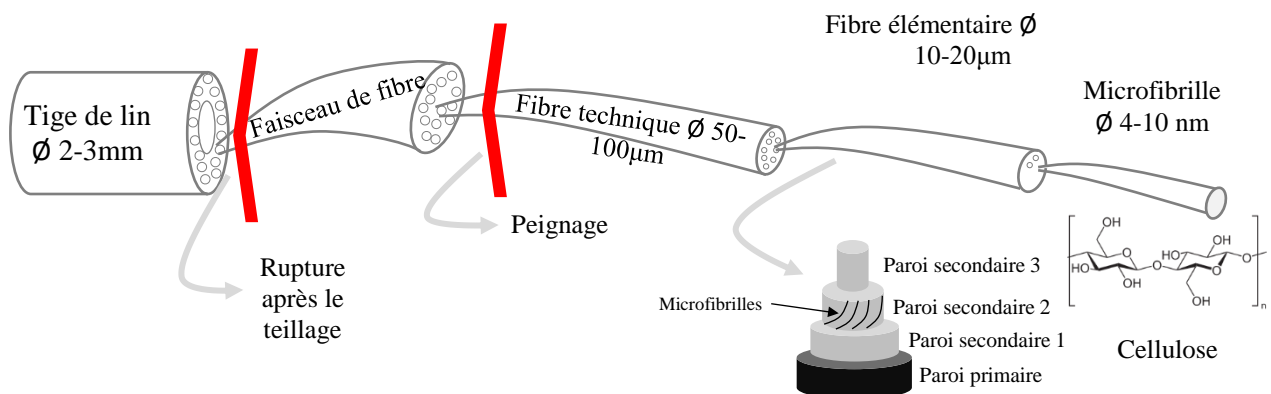
#### *1.1.1 De la graine à la fibre*

Avant d'obtenir la fibre de lin telle qu'elle sera étudiée dans l'étude, cette dernière a un cycle de culture long depuis son état sous forme de graine. Généralement, les semis de graine de lin ont lieu en Mars puis les plantes croissent et fleurissent en Juin. En juillet, a lieu l'arrachage des fibres de lin puis le rouissage ; étape où les fibres sont laissées dans les champs pour dissocier les fibres des morceaux de tiges d'écorce et de bois reliés entre eux par de la matière pectique, gel permettant de structurer les fibres dans la tige. Ce procédé est alors possible par l'action de la rosée, du soleil et des champignons [Baley, 2013]. Les tiges sont généralement récoltées en Août. Ensuite, vient l'étape de teillage qui est une technique qui permet, grâce à des broyeurs, de briser les tiges et d'obtenir des faisceaux de fibres [Bouzouita, 2011] : cette étape permet l'extraction de la fibre du reste de la plante [ADEME, 2005]. Enfin, l'étape de peignage permet de séparer les fibres courtes, fibres longues, anas (particules de bois issues des parties ligneuses des fibres) et les déchets. Les faisceaux de fibres sont alors de plus en plus affinés dans le but d'obtenir des fibres élémentaires de la meilleure finesse possible.

#### *1.1.2 Structure*

Les fibres sont situées dans la tige de la plante de lin. Les fibres longues, isolées à partir de la plante de lin, sont constituées de cellules ou de ce qu'on appelle les fibres élémentaires (Figure 2-1) ayant des longueurs généralement de l'ordre de 2-4 cm et un diamètre de 10 à 20  $\mu\text{m}$ . Celles-ci possèdent une structure complexe qui contient une paroi primaire et trois parois secondaires. La paroi primaire est constituée de pectines et permet de maintenir les fibres entre elles. Les couches du milieu, plus épaisses,

sont constituées de parois secondaires. Ces dernières sont constituées principalement de microfibrilles de cellulose (le constituant principal qui contient des groupes hydroxyle), d'hémicellulose, de lignine et de pectines [Azwa et al., 2013]. Les microfibrilles régissent les propriétés mécaniques des fibres de par leur angle par rapport à l'axe longitudinale : plus ce dernier est faible et meilleures seront les propriétés mécaniques. Il est compris entre 5 et 10 % pour les fibres de lin [Bouzouita, 2011].



**Figure 2-1 : Composition d'une fibre de lin.**

### 1.1.3 Propriétés

Les fibres de lin, comme la plupart des fibres naturelles, possèdent une faible densité :  $1,5 \text{ kg/m}^3$  en moyenne permettant des gains de masse dans l'industrie allant jusque 30% par rapport aux composites fabriqués à partir de fibres synthétiques [Bos, 2004]. Elles possèdent également de bonnes propriétés mécaniques et acoustiques. D'un point de vue environnemental, un de ses avantages principaux est sa dégradabilité. Cependant, elle possède également des inconvénients qui sont principalement sa forte reprise d'humidité, due essentiellement à la cellulose, sa sensibilité aux bactéries et aux acides, due à la présence d'hémicellulose, et enfin sa sensibilité aux agents chimiques et aux rayons ultraviolets due à la lignine [Azwa et al., 2013]. D'après la littérature, ses propriétés mécaniques sont également très variables : en effet les fibres de lin possèdent un module pouvant aller de 36 à 110 GPa, une déformation à la rupture comprise entre 1,6 à 2,4 % et une contrainte à la rupture variant de 400 à 2000 MPa [Liang, 2012].

### 1.1.4 Lin de l'étude

Dans notre cas, le lin sera sous forme de tissus unidirectionnels dans lesquels les fibres n'ont subi aucun traitement qu'il soit chimique ou thermique. Le schéma ci-dessous décrit les deux architectures des tissus unidirectionnels de fibres de lin étudiés (Figure 2-2).

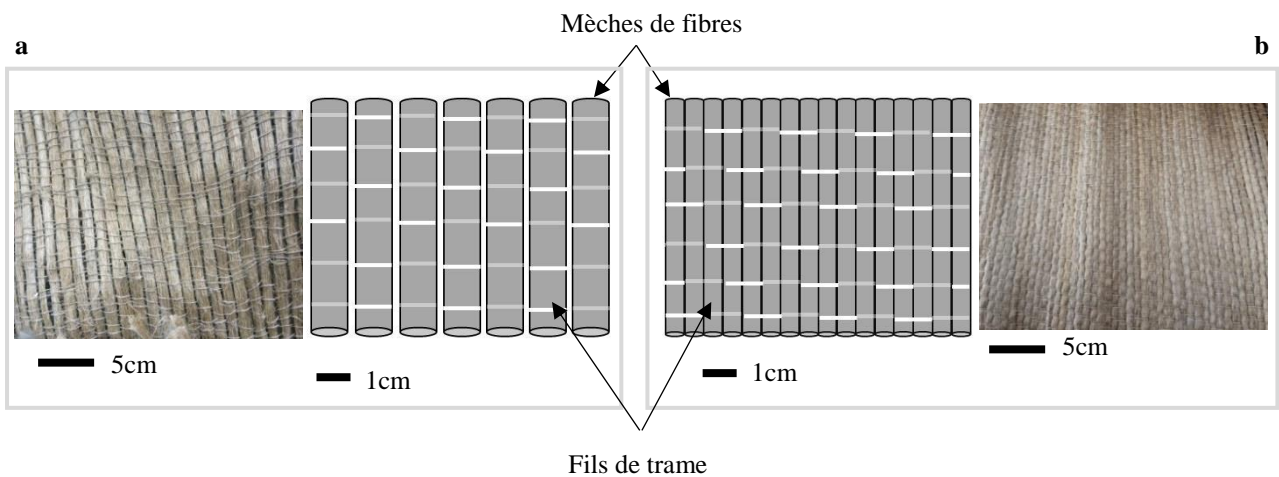


Figure 2-2 : Géométrie des tissus unidirectionnels de lin A (a) et B (b).

Ces tissus sont constitués de fibres longitudinales regroupées en mèches. Ces mèches sont reliées entre elles par des fils de trame en lin. Ce qui différencie les deux tissus de lin utilisés sont leurs géométries : en effet le tissu A, fourni par la société Dehondt, possède des vides entre les mèches alors que le tissu B, fourni par la société Dépestèle, possède des mèches de fibres serrées les unes contre les autres.



## I.2 Polyamide 11

### I.2.1 Synthèse du Polyamide 11

Le Polyamide 11 (PA11), rilsan® 11 ou encore nylon 11 est un polymère technique produit par Arkema. Par rapport aux autres polyamides, ce dernier a des propriétés plus stables du fait de sa faible reprise en humidité [Dang et al., 2007]. De plus, il possède une température de fusion plus faible (190°C) permettant de le mettre en œuvre avec des fibres naturelles sans altérer leurs propriétés mécaniques.

Il est synthétisé à partir de l'huile de Ricin, ce qui lui confère 55% de carbone d'origine renouvelable [Teyssandier, 2011].

A partir de l'huile de Ricin, est extrait l'acide le plus en abondance dans cette huile : l'acide ricinoléique présent à plus de 85 %, va être distillé afin d'obtenir l'acide undécynélique, comme décrit dans la figure 2-3.

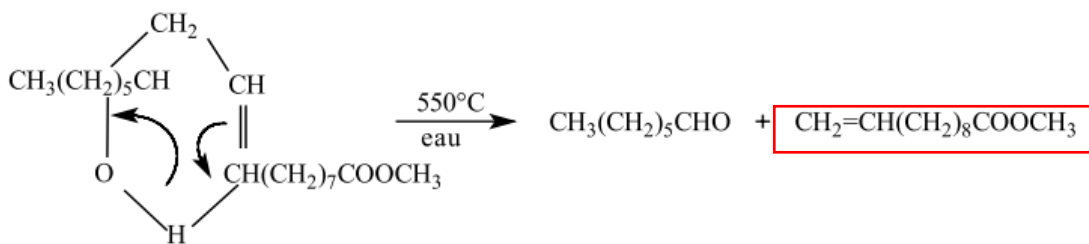


Figure 2-3 : Obtention de l'acide undécynélique [Boisot, 2009].

L'acide undécynélique subit une hydrolyse, une bromination et une ammonolyse permettant d'obtenir l'acide amino-11-undecanoïque :

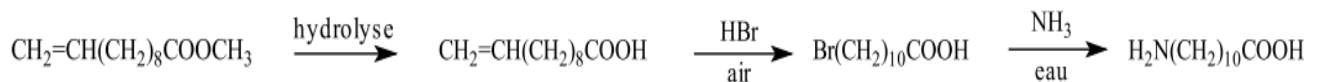
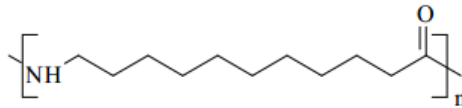


Figure 2-4 : Obtention du monomère [Destaing, 2012].

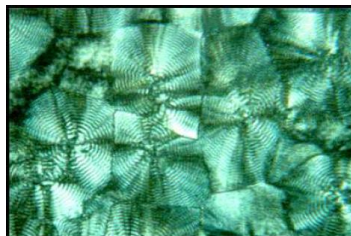
Le PA11 est ensuite obtenu par polycondensation du monomère acide-amino-11-undecanoïque. Sa formule est présentée figure 2-5 [Boisot, 2009].



**Figure 2-5 : Formule semi-développée du Polyamide 11.**

Les polyamides sont des polymères semi-cristallins présentant une phase amorphe et une phase semi-cristalline. Pour le polyamide 11 la phase cristalline représente environ 25% en masse [Dang et al., 2007].

En ce qui concerne la structure cristalline du PA11, elle a une organisation triclinique  $\alpha$ . Ce modèle a été proposé en 1959 par Slichter et al. [Slichter, 1959]. Son organisation triclinique peut se transformer en organisation pseudo-hexagonale  $\delta$  à plus de 100°C, ou lorsque le polymère subit un allongement supérieur à 20%. Dang et al. observent que ce changement de phase est réversible [Dang et al., 2007]. En effet en revenant à la température ambiante, le polymère reprend une organisation triclinique  $\alpha$ . Dans les polymères semi-cristallins, lors du refroidissement apparaissent des sphérolites. Dans le cas du PA11, ces sphérolites ont une morphologie annelée (Figure 2-6).



**Figure 2-6 : Morphologie annelée dans le Polyamide 11 [Boisot, 2009].**

### *1.2.2 Polyamide 11 de l'étude*

Deux types de Polyamide 11 fournis par ARKEMA sont utilisés dans cette thèse. Le premier, sous forme de poudres, de référence T 7500, le second, de référence BESNO TL sous forme de films extrudés de 100  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Le tableau 2-1 ci-dessous détaille leurs propriétés mécaniques données par le fournisseur.

Propriété	Unité	Polyamide 11 poudres	Polyamide 11 films
Contrainte à la rupture en traction	MPa	40	61
Module d'Young en traction	GPa	1,2	1,1
Allongement à la rupture	%	20 à 200	>200
Densité		1,2	1.02

**Tableau 2-1 : Caractéristiques du Polyamide 11.**

## Chapitre II : Description des techniques de caractérisation

Ce chapitre va décrire dans un premier temps, les techniques de caractérisation utilisées pour connaître les propriétés du Polyamide 11. Ensuite, la technique de mise en œuvre par thermocompression sera détaillée. Enfin, un dernier point présentera tous les moyens de caractérisations qui seront utilisés afin de connaître les propriétés des composites.

### II.1 Caractérisation des constituants initiaux

#### II.1.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Les propriétés thermiques de la matrice seule sous forme de film ou de poudre sont caractérisées par un équipement de DSC (Differential Scanning Calorimetry) TA Instruments Q20. La calorimétrie différentielle à balayage est une technique d'analyse thermique. Elle mesure les différences d'échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence. Si le processus de chaleur est endothermique ou exothermique, un pic correspondant au flux de chaleur se manifestera. Les échantillons, de 10 mg environ, sont encapsulés dans des creusets en aluminium et sont chauffés de 20 à 220°C à 20°C/minute puis refroidis à 20°C à la même vitesse. Deux rampes thermiques sont réalisées : la première permet d'effacer l'histoire thermomécanique des deux formes de polymère, la seconde rampe nous permet de connaître leurs caractéristiques thermiques. La température de transition vitreuse ( $T_g$ ), la température de fusion ( $T_m$ ), la température de cristallisation ( $T_c$ ) et l'enthalpie de fusion ( $\Delta H_m$ ) sont déterminées. Le taux de cristallinité ( $\chi_c$ ) de la matrice est déterminé par la formule :

$$\chi_c (\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0 \times \phi} \times 100 \quad \text{Équation 2-1}$$

$\Delta H_m$  est l'enthalpie de fusion expérimentale de la matrice,  $\Delta H_m^0$  (189 J/g pour le PA11 [Destaing, 2012]) est l'enthalpie de fusion de la matrice 100% cristalline et  $\phi$ , la fraction massique de la matrice contenue dans le composite.

### II.1.2 Mesures rhéologiques

Le rhéomètre est un appareil de mesure qui permet de connaître des informations sur l'écoulement d'un fluide. De manière générale, les rhéomètres sont constitués d'un plateau supérieur relié à un axe agissant comme un rotor sur un autre plateau inférieur qui lui est fixe et joue le rôle de stator. Entre ces deux plateaux se trouve l'entrefer, endroit où est placé le matériau à analyser. Les grandeurs principales sont basées sur trois critères : le couple mécanique, la vitesse angulaire de rotation du plateau supérieur ainsi que l'angle de rotation de celui-ci [Darwiche, 2012]. Le principe de mesure de rhéologie est décrit dans le schéma ci-dessous (figure 2-7).

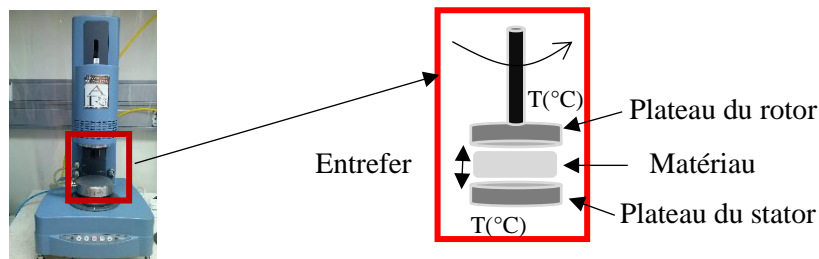


Figure 2-7 : Principe de fonctionnement du rhéomètre.

Les polymères ont un comportement de fluide visqueux suivant la loi de Newton. La viscosité  $\eta$  (équation 2-2) est le rapport de la contrainte  $\sigma$  et du taux de cisaillement  $\gamma$  appliqués sur le matériau (équation 2-3 et 2-4).

$$\eta = \frac{\sigma}{\gamma} \quad \text{Équation 2-2}$$

$$\sigma = \frac{\Gamma}{2\pi r^3} \left( 3 + \frac{\delta \ln \Gamma}{\delta \ln \gamma} \right) \quad \text{Équation 2-3}$$

Où  $\Gamma$  est le moment du couple,  $r$  le rayon du plateau.

$$\gamma = \frac{\Omega r}{h} \quad \text{Équation 2-4}$$

Où  $\Omega$  est la vitesse de rotation du plateau supérieur,  $r$  le rayon du plateau et  $h$  l'entrefer.

Dans notre cas, des essais rhéologiques ont été réalisés sur les deux formes de PA11 grâce à un rhéomètre TA instruments-AR 2000 avec une géométrie plan/plan, un entrefer de 1mm, une contrainte de 100 Pa et une fréquence d'oscillation de 1Hz. Ces tests nous permettent de connaître, à température voulue (au-delà de la température de fusion du polymère), l'évolution de la viscosité  $\eta$  (Pa.s) en fonction du temps.

### *II.1.3 Mesures de taux d'humidité*

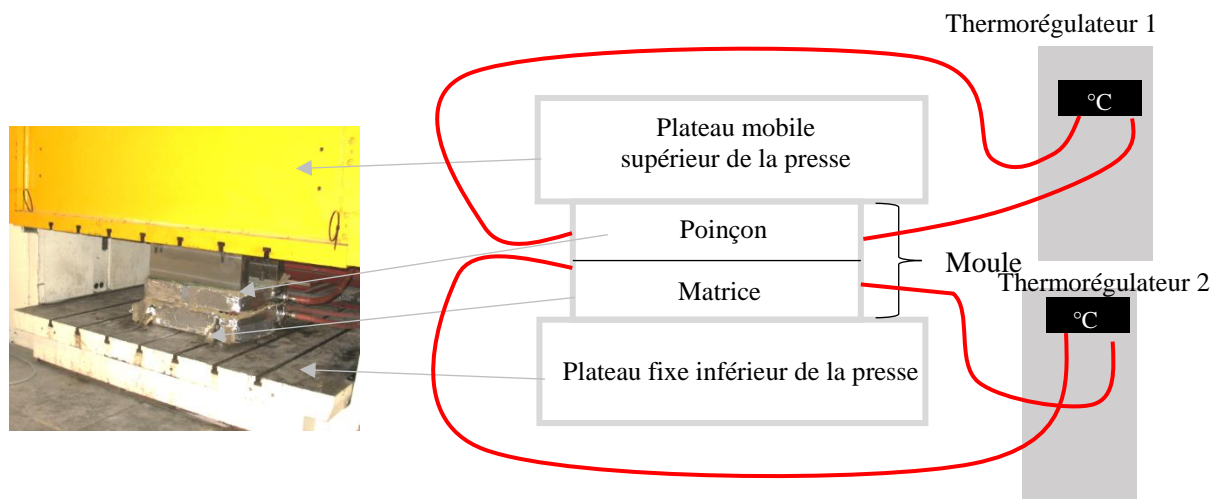
La méthode du Karl Fischer est une technique permettant de titrer l'eau contenue dans un solide par méthode coulométrique. La référence du Karl Fischer utilisé était le C-20 de la marque Metler Toledo. Il permet de doser des quantités d'humidité comprises entre quelques microgrammes et 10 mg. La cellule du Karl Fischer contient une électrode et une anode ainsi que le réactif qui est de l'Hydranal.

L'iode nécessaire pour doser l'eau est fabriqué à l'interface d'une cellule à diaphragme selon la réaction chimique :  $2I^- \rightarrow I_2 + 2e^-$ . En effet, l'iode participant à la réaction est généré directement dans la cellule de titrage par oxydation électrochimique de l'iodure. La quantité de courant mesurée par l'électrode est donc proportionnelle à la quantité d'iode formée. De l'iode sera formé jusqu'à l'élimination de toute trace d'eau dans la cellule de dosage. La loi de Faraday est utilisée pour calculer la quantité d'iode générée à partir de la quantité d'iode requise. Selon cette loi, 10,71 mC correspondent à 1 $\mu$ g d'eau [Ziad, 2009]. Ce moyen sera utilisé afin de connaître le taux d'humidité du polymère et de la fibre avant moulage.

## II.2 Elaboration des composites

### *II.2.1 Thermocompression*

Tous les composites étudiés dans cette thèse ont été réalisés au Centre d'Etudes sur les Matériaux Composites Avancés pour le Transport (CEMCAT). Ces composites sont mis en forme par thermocompression dont le principe est décrit sur la figure 2-8.



**Figure 2-8 : Schéma de fonctionnement de la presse par thermocompression.**

La presse utilisée est de marque Dieffenbacher et a une capacité de 1000 Tonnes. Une fois la valeur de compactage choisie, le plateau mobile supérieur vient s'abaisser sur la partie inférieure fixe. Entre ces deux parties, est installé un moule de plaque en Acier de 450\*500mm et d'épaisseur variable de 1 à 10 mm. Il est équipé de deux parties : la matrice qui est sur la partie fixe de la presse et le poinçon qui est sur la partie mobile. Les constituants seront placés dans la matrice du moule. Le moule est isolé par l'extérieur avec du Glasterm qui est un composite à fibres de verre et charges pour l'isolation thermique. Ce moule de plaque est équipé d'un circuit de régulation interne permettant sa chauffe et son refroidissement.

Le chauffage est réalisé par thermorégulation grâce à une huile caloporteuse. Deux thermorégulateurs de marque Size (un pour le poinçon et un pour la matrice) sont utilisés pour la chauffe et le refroidissement. En phase de chauffe, l'huile est élevée à la température souhaitée et transférée au moule. En phase de refroidissement, le système de chauffe est coupé, l'huile est refroidie via le réseau d'eau froide extérieur, l'huile refroidit, circule dans le moule et permet son refroidissement. Chaque régulateur est équipé de deux tuyaux (isolés thermiquement) : un qui fait l'aller vers le moule et l'autre le retour.

Avant chacune des mises en œuvre, le moule est nettoyé et traité. Le traitement du moule est réalisé par un démoulant spécifique thermoplastique (SURFAX 12 ; TTA Lubrifiants), sans silicone en bombe aérosol. L'application de cet agent de démoulage haute température est indispensable pour les thermoplastiques afin d'obtenir des plaques pouvant se démouler facilement.

Trois paramètres peuvent ainsi être modifiés : la température du moule, la pression imposée sur le moule ainsi que le temps de maintien sous pression.

### *II.2.2 Usinage*

Deux valeurs d'épaisseurs de composites ont été étudiées dans la thèse : 2 mm et 4 mm. Les composites 2 mm ont été usinés par un Charly Robot. Une fraise de 2mm était utilisée pour les découpes. Trois passes de découpes étaient réalisées sur les éprouvettes. Une vitesse d'avance de 10mm/minute ainsi qu'une vitesse de rotation de la broche de 7500 tours/minute étaient adoptées pour usiner ces plaques. En ce qui concerne les éprouvettes de 4mm, le moyen utilisé était la découpe au jet d'eau par une machine Bystronic byjet 4022 effectuée par une entreprise mayennaise Lokicoup. En effet pour cette épaisseur de plaque, cette technique permet d'éviter de faire fondre le polymère dû à l'échauffement de la fraise et donc de dégrader le composite.

## II.3 Caractérisations des composites

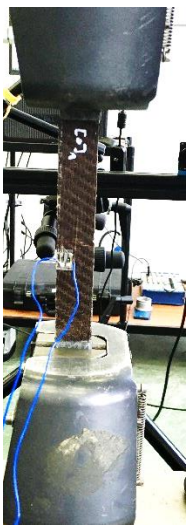
### *II.3.1 Essais mécaniques*

#### II.3.1.1 Traction

Les essais de traction monotone sont réalisés à température ambiante sur un banc quasi-statique INSTRON 5884 équipé d'une cellule d'effort de 150kN grâce à des mors auto-serrants (Figure 2-9). Les essais sont réalisés à 2mm/min selon la norme ISO (Norme ISO 527-4, 1997). Les tests sont réalisés sur 5 éprouvettes représentatives de dimension 250\*25mm pour chaque série d'éprouvettes. Ces dernières sont équipées de talons en fibre de verre/Polyester de dimension 50mm\*25mm collés grâce à une colle Araldite sur chaque face des éprouvettes, aux extrémités de celles-ci, à l'endroit où elles seront serrées par des mâchoires. Les éprouvettes sont équipées de jauges extensométriques Kyowa de 5mm collées



au centre d'une face des éprouvettes grâce à une colle cyano-acrylique ; elles seront utilisées pour mesurer la déformation des éprouvettes lors de leur sollicitation.







Essai	Eprouvettes	Grandeurs post-traitées
<b>Traction</b>	Longitudinale (0°) 	Module d'Young $E_l^t$ Contrainte à la rupture $\sigma_l^{tr}$ Déformation à la rupture $\epsilon_l^{tr}$ Coefficient de poisson $\nu_l^t$
	Transversale (90°) 	Module d'Young $E_t^t$ Contrainte à la rupture $\sigma_t^{tr}$ Déformation à la rupture $\epsilon_t^{tr}$
	Cisaillement ( $\pm 45^\circ$ ) 	Module de cisaillement $G_{lt}$ Contrainte à la rupture $S_{lt}^r$ Déformation à la rupture $\gamma_{lt}^r$
	Autres stratifiés 	Module d'Young $E_{apparent}$ Contrainte à la rupture $\sigma_{strat}^{tr}$ Déformation à la rupture $\epsilon_{strat}^{tr}$

Figure 2-9 : Montage de traction et tableau des grandeurs post-traitées lors des essais de traction.

A l'issue des essais, la contrainte à la rupture (rapport de l'effort sur la section de l'éprouvette), le module d'Young (rapport de la contrainte sur la déformation dans la partie élastique de l'éprouvette), ainsi que la déformation à la rupture seront déterminés dans les directions longitudinales et transverses des fibres. En cisaillement, les modules, contraintes (rapport de l'effort sur deux fois la section de l'éprouvette) et déformation (différence des déformations du sens X et Y) seront également déterminés. De plus, le coefficient de Poisson sera déterminé afin de connaître la compressibilité du matériau (rapport des déformations longitudinale et transverse) ; pour cela certaines éprouvettes seront équipées de jauges bidirectionnelles. Le tableau de la figure 2-9 résume les caractéristiques qui seront mesurées grâce aux essais de traction sur les différentes configurations d'éprouvettes.

### II.3.1.2 Compression

#### II.3.1.2.1 IITRI

Les essais de compression de type IITRI ont été réalisés sur un banc d'essais mécaniques INSTRON 5884 équipé d'une cellule d'effort de 150kN avec un montage spécifique (Figure 2-10) à 1 mm/minute

selon la norme ASTM [Norme ASTM D3410-3, 2008] et à température ambiante. Les essais sont réalisés sur 5 éprouvettes représentatives de dimension 110\*10mm équipées de talons en verre/Polyester de dimension 50\*10mm. La déformation sera mesurée à l'aide de jauges de déformation extensométriques de 2 mm.

A l'issue des essais, de même que précédemment, le module d'Young, la contrainte à la rupture ainsi que la déformation en compression seront déterminés dans les directions longitudinales et transverses des fibres. De même que pour la traction, le coefficient de Poisson sera également déterminé. Les modes de rupture sont à consigner. Le flambement doit être également vérifié par :

$$\left| \frac{\varepsilon_{x2} - \varepsilon_{x1}}{\varepsilon_{x2} + \varepsilon_{x1}} \right| \leq 0.1 \quad \text{Équation 2-5}$$

Où  $\varepsilon_{x1}$  et  $\varepsilon_{x2}$  sont respectivement les déformations sur chacune des deux faces de l'éprouvette grâce à une jauge apposée de chaque côté de l'éprouvette. Les grandeurs mesurées sont détaillées dans le tableau de la figure 2-10.

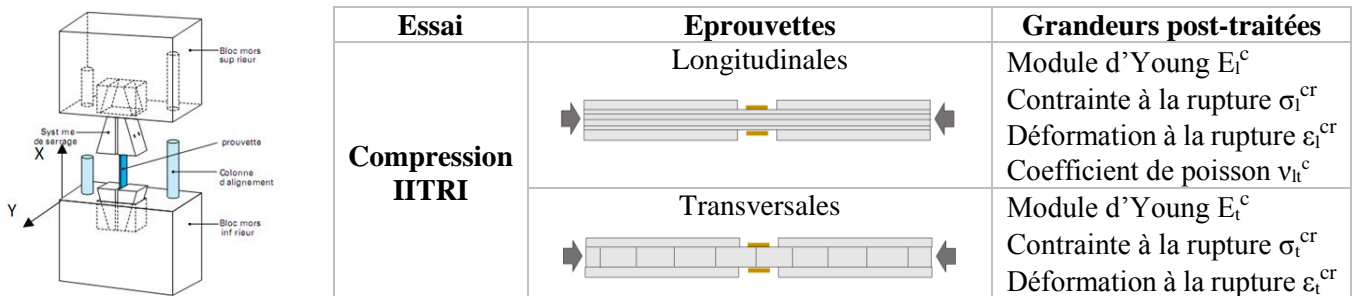


Figure 2-10 : Montage de compression IITRI [Norme ASTM D3410-3, 2008] et tableau des grandeurs post-traitées.

#### II.3.1.2.2 Boeing

Les essais de compression de type Boeing sont également réalisés sur le banc d'essais mécaniques INSTRON 5884 selon la norme [Norme ASTM D7137-7, 2007]. Ces essais ont été réalisés à température ambiante sur des éprouvettes de dimensions 100\*150 mm. L'éprouvette est mise en chargement directement à l'extrémité de l'éprouvette, c'est-à-dire sur sa tranche (Figure 2-11). La sollicitation est imposée par le déplacement à vitesse constante de la traverse à 1 mm/min.

La norme préconise d'avoir des épaisseurs comprises entre 4 et 6 mm, afin d'éviter le phénomène de flambement selon la même formule décrite dans la partie compression IITRI (équation 2-5) où  $\epsilon_{x_1}$  et  $\epsilon_{x_2}$  sont les moyennes des déformations de compression mesurées par deux jauges apposées sur les deux faces, à 2,5 cm du haut et du côté des éprouvettes (figure 2-11).

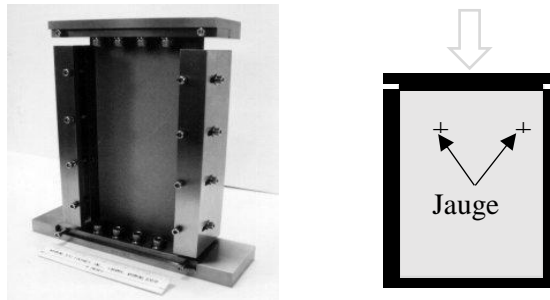


Figure 2-11 : Montage de compression Boeing et localisation des jauges.

Les grandeurs mesurées sont le déplacement de la traverse ainsi que la force (N) appliquée sur l'éprouvette. Les grandeurs post-traitées sont détaillées dans le tableau 2-2.

Essai	Eprouvettes	Grandeurs post-traitées
Compression Boeing	Stratifiées	Module d'Young $E_{apparent}$ Contrainte à la rupture $\sigma^r$ Déformation à la rupture $\epsilon^r$

Tableau 2-2 : Grandeurs post-traitées après un essai de compression Boeing.

### II.3.1.3 Flexion

Les essais de flexion courte ou ILSS (Interlaminar shear strength) sont réalisés sur une machine INSTRON équipée d'une cellule d'effort 50KN (figure 2-12).

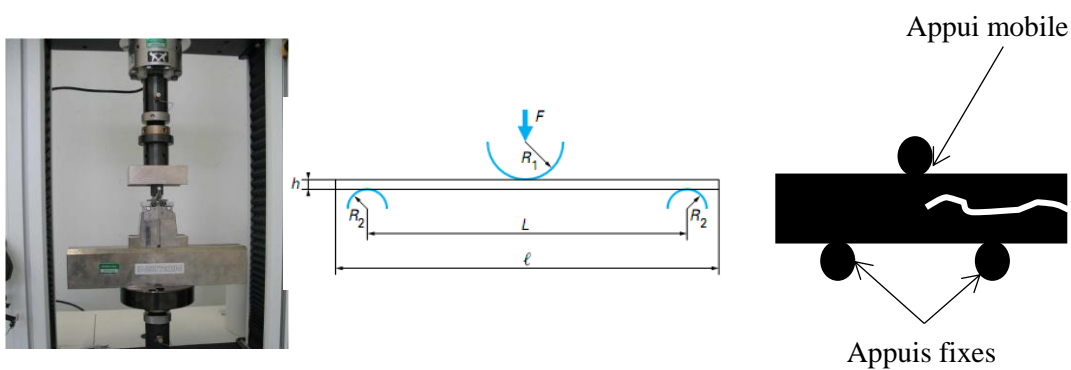


Figure 2-12 : Essais de cisaillement interlaminaire.

Les essais sont réalisés selon la norme ISO 14130 [Norme ISO 14130, 1997] à 2mm/minute sur 5 éprouvettes et à température ambiante. La distance entre appuis inférieurs L doit être réglée à 5 fois l'épaisseur du composite. Le rapport longueur/épaisseur doit être de 10 ou largeur/épaisseur de 5. Le rayon des pannes est de 5 mm pour R1 et de 2 mm pour R2 (Figure 2-12).

A l'issue des essais, la contrainte en cisaillement interlaminaire apparent ainsi que la contrainte de rupture seront déterminées. Pour que l'essai soit validé, les modes de rupture en compression et en traction sont à consigner. Le mode de rupture acceptable est celui en cisaillement interlaminaire, comme le montre la figure 2-12.

La grandeur mesurée est la force de flexion. La contrainte de cisaillement  $\tau_{lt}$  est calculée grâce à la formule de l'équation 2-6. Le tableau 2-3 présente les grandeurs post-traitées.

$$\tau_{lt} = \frac{3F}{4S} \quad \text{Équation 2-6}$$

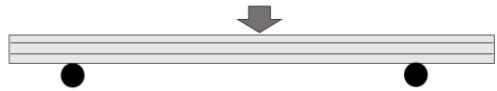
Essai	Eprouvettes	Grandeurs post-traitées
Flexion courte		Contrainte de cisaillement interlaminaire $\tau_{lt}$

Tableau 2-3 : Grandeurs post-traitées après un essai de flexion.

#### II.3.1.4 Impact

Les essais d'impact sont effectués grâce à une tour de chute Imatek IM10 ITS (Figure 2-13a) de capacité 4000 Joules.

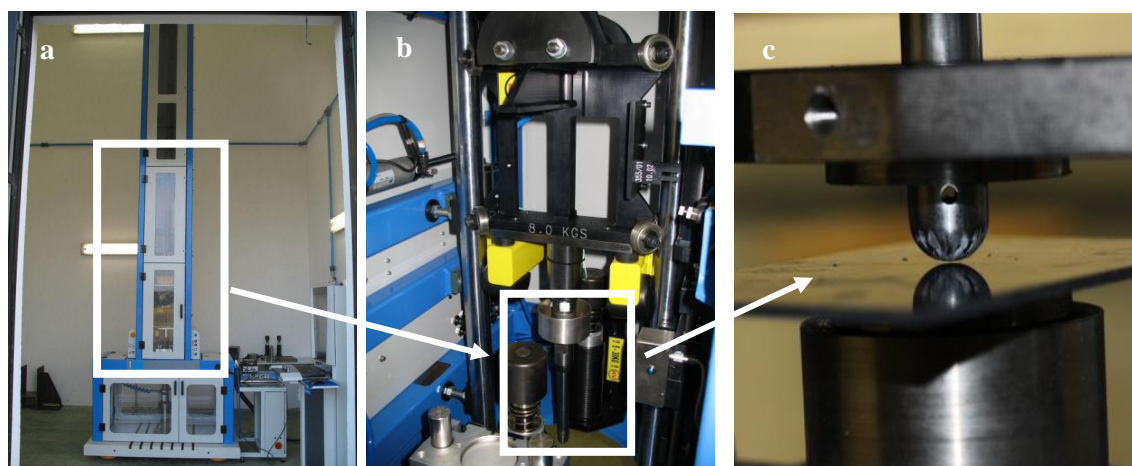


Figure 2-13 : Tour de chute (a), chariot avec impacteur (b) et système de clampage (c).

Ces tests sont réalisés par impact sur des éprouvettes de composites de dimensions 250\*100 mm ou 150\*100 mm selon la norme ISO [Norme ISO 6603-2, 2000]. L'essai est réalisé grâce à une masse tombante sous forme d'un chariot d'une masse (figure 2-13b) de 8 kg muni d'un impacteur hémisphérique de diamètre 20 mm. Afin d'obtenir l'énergie désirée, la hauteur de chute peut être modifiée. L'éprouvette est placée dans un système de clamping (figure 2-13c) à air comprimé sur un support circulaire de diamètre intérieur 40 mm et extérieur 60 mm afin de maintenir l'éprouvette durant l'impact. Les grandeurs mesurées, grâce à des capteurs, seront l'effort d'impact F ainsi que le déplacement de la masse tombante d. Ensuite, les énergies investie ( $E_i$ ), absorbée ( $E_{abs}$ ) et restituée ( $E_r$ ) seront post-traitées grâce aux graphiques déplacement-temps et effort-déplacement (Figure 2-14).

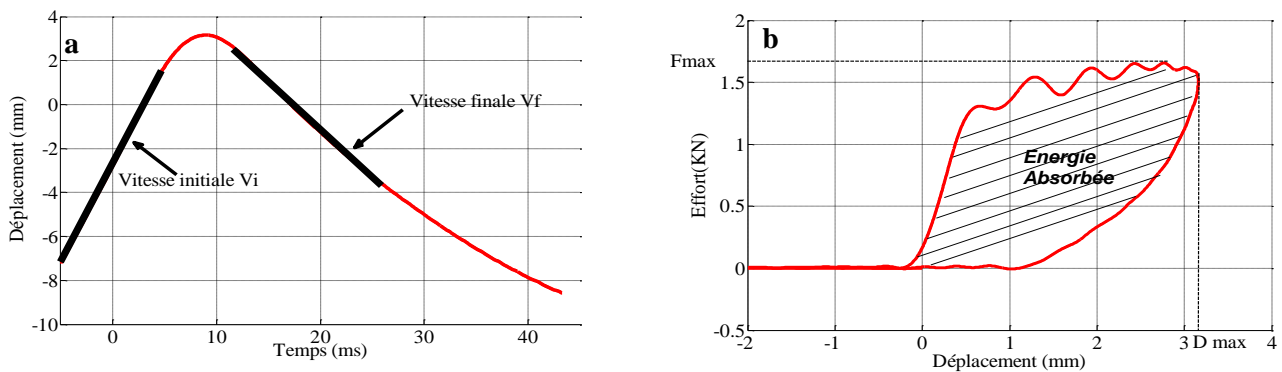


Figure 2-14 : Courbes déplacement-temps (a) et effort-déplacement (b) d'un essai type d'impact.

Elles seront calculées grâce aux équations 2-7 à 2-9 :

$$E_i = \frac{1}{2} m v_i^2 = mgh \quad \text{Équation 2-7}$$

$$E_r = \frac{1}{2} m v_f^2 = mgh \quad \text{Équation 2-8}$$

$$E_{abs} = E_i - E_r = \frac{1}{2} m (v_i^2 - v_f^2) \quad \text{Équation 2-9}$$

Avec  $E_i$ , l'énergie investie en Joules (J), m la masse du chariot avec l'impacteur (Kg) correspondant à une masse de 9,061 Kg, v la vitesse du chariot en  $m.s^{-1}$  :  $v_i$  correspond à la vitesse initiale du chariot avant impact,  $v_f$  correspond à la remontée du chariot après impact. Ces vitesses  $v_i$  et  $v_f$  correspondent aux pentes de la courbe de la figure 2-14a. Grâce, respectivement aux équations 2-7 et 2-8 les énergies investies ( $E_i$ ) et restituées ( $E_r$ ) peuvent être calculées.

L'énergie absorbée  $E_{abs}$  est la différence de  $E_i$  et  $E_r$  (équation 2-9) c'est à dire l'aire sous la courbe de la figure 2-14b ;  $g$  est la constante de gravité  $9,81 \text{ m.s}^{-2}$ , et  $h$  la hauteur de chute en mètres (m).  $F_{max}$  est la force maximale appliquée à l'échantillon et  $d_{max}$ , le déplacement maximal de la masse tombante.

### II.3.2 Mesure des déformations par stéréo-corrélation d'images numériques

La mesure par corrélation d'image est une technique de mesure optique sans contact couramment utilisée afin de mesurer un champ de déformations surfaciques sur une éprouvette soumise à des contraintes mécaniques (Figure 2-15).

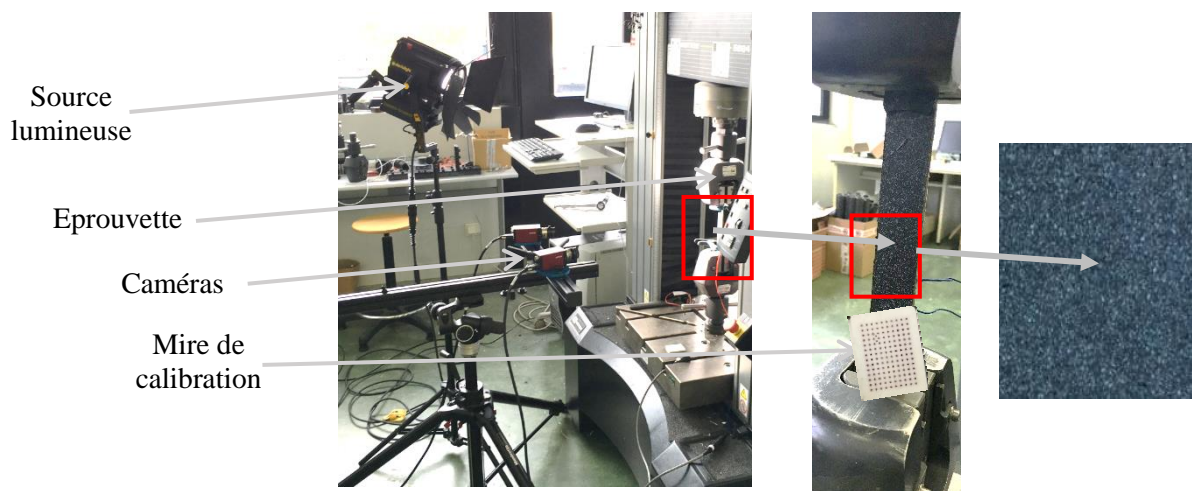


Figure 2-15 : Montage de prise de vue de la stéréocorrélation.

Cette technique permet de faire une mesure de « similitude » entre deux images où l'une d'entre elles sera l'image de référence prise à  $t_1$  et l'autre, l'image de l'éprouvette déformée prise à l'instant  $t_2$ . Le traitement de deux images est réalisé au moyen d'une fonction de minimisation de type SSD (Sum of Squares Différences) : la somme quadratique des différences de niveau de gris des pixels. Afin de réaliser ces mesures, un mouchetis est projeté sur la surface des éprouvettes : une peinture noire est projetée sur la surface analysée, puis une pulvérisation de peinture blanche est réalisée afin d'obtenir des motifs aléatoires contrastés. Les tâches sur l'éprouvette représentent 3 à 5 pixels. Cependant la corrélation d'image nécessite que le plan image de la caméra soit parallèle au plan de déformation pendant toute la durée de l'essai afin d'éviter des erreurs des mesures [Marina et al., 2007].

Dans notre étude, la stéréocorrélation est utilisée grâce à deux caméras numériques de la marque Pike dont la résolution est de 4 Mpixels. La stéréo-corrélation permet de mesurer les champs de déplacements 3D à partir des paires d'images prises par deux caméras synchronisées. Le grandissement utilisé est de 1 pixel=14  $\mu\text{m}$ . La zone de l'éprouvette photographiée couvre une surface de 100 x 50  $\text{mm}^2$ . La sensibilité de la mesure de déplacement est de 1  $\mu\text{m}$  sur un champ de 200x200 mm. Un point de mesure est une imagerie de 16 pixels x 16 pixels c'est-à-dire 224  $\mu\text{m}$  x 224 $\mu\text{m}$ .

L'étalonnage des deux caméras est réalisé par la méthode de stéréo-triangulation (intersection de deux rayons optiques (image)). Pour cela, il faut régler la distance et l'angle entre les deux caméras ainsi que la distance avec l'éprouvette, et ainsi fixer la profondeur de champ. Le contraste est modifié grâce à l'obturateur présent sur les caméras ainsi qu'à l'éclairage par des LEDs.

L'étalonnage est effectué par une mire qui est placée à la surface de l'éprouvette et la prise de vues de la mire est effectuée en la tournant successivement autour de l'axe horizontal et vertical. Une estimation de la fonction de transfert par la résolution des équations matricielles pour différentes prises de vue de la mire permet d'estimer le score. Le score exprime une incertitude en pixel, qui doit s'approcher de 0.01 pixel.

Après l'étalonnage, l'étape suivante est l'enregistrement des paires des images de la surface de l'éprouvette à l'état déformé tout au long de l'essai avec un incrément de temps de 100 ms. Les images numérisées sont analysées par le logiciel VIC3D.

Contrairement aux jauges qui mesurent une déformation localement, cette technique permet de déterminer le champ complet des déformations sur toute une zone en fonction du niveau de contrainte à laquelle est soumise l'éprouvette.

### *II.3.3 Caractérisation microstructurale*

#### II.3.3.1 Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse mécanique dynamique (DMA) est une méthode qui permet de caractériser le comportement dynamique de matériaux en fonction de la température. Les gammes de températures peuvent aller de -

100 à 300°C. Les propriétés de mécanique dynamique des composites sont analysées par une DMA Q800 grâce au mode « single cantilever » à une vitesse de chauffe de 2°C/minute et une fréquence de 1Hz. Dans ce cas, l'échantillon est encastré d'un côté et soumis à oscillation à une fréquence fixée de l'autre (Figure 2-16).

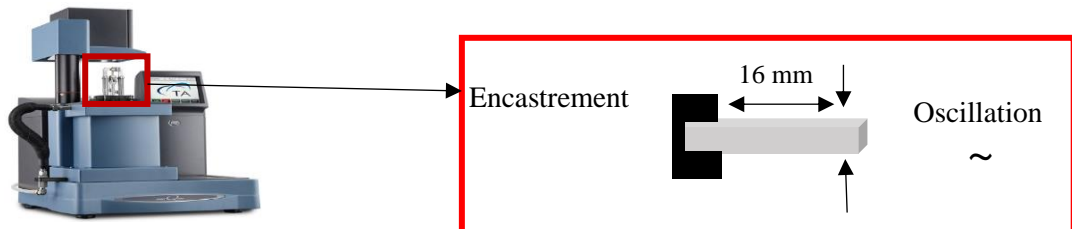


Figure 2-16 : Schéma de principe de la DMA.

Le module de stockage ( $E'$ ) permettant de mesurer l'aptitude d'un matériau à stocker de l'énergie mécanique fournie et le facteur de perte ( $\tan \delta$ ) qui permet de mesurer l'énergie dissipée et l'amortissement sont déterminés pour des gammes de température comprises entre 25 et 100°C. Les dimensions des échantillons de composite sont de 40\*10 mm avec une épaisseur d'environ 2 mm. La distance entre appuis est d'environ 16 mm.

### II.3.3.2 Mesure de densité et de taux de porosité

La méthode densimétrique est basée sur le principe de la poussée d'Archimède. Un solide immergé dans un liquide est soumis à une force de poussée. La valeur de cette force est égale à la masse de liquide déplacé par le volume du solide. Les mesures de densité et de porosité sont effectuées sur une série de 5 échantillons de composite de dimension d'1 cm<sup>2</sup> environ pris à divers endroits de la plaque. Elles seront réalisées sur toutes les plaques moulées afin de s'assurer de la bonne reproductibilité du procédé de mise en œuvre. Chaque échantillon est tout d'abord pesé grâce à une balance Metler Toledo précise à 10 mg, dans l'air puis dans un bécher contenant de l'éthanol comme le décrit le schéma de la figure 2-17.



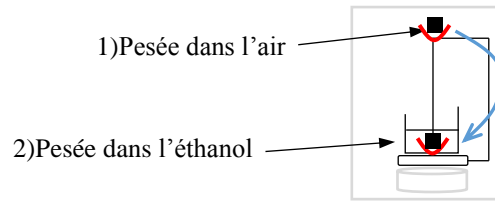


Figure 2-17 : Schéma de principe de la mesure de densité par poussée d'Archimède.

Connaissant la masse volumique de l'éthanol, la masse volumique se calcule par l'équation 2-10 :

$$\rho_{\text{composite}} = \frac{m_{\text{air}}}{m_{\text{air}} - m_{\text{éthanol}}} \times \rho_{\text{éthanol}} \quad \text{Équation 2-10}$$

$$m_c = m_f + m_m \quad \text{Équation 2-11}$$

Avec  $m_c$ ,  $m_f$  et  $m_m$  les masses du composite, des fibres et de la matrice.

$$\frac{m_f}{m_c} + \frac{m_m}{m_c} = 1 = M_f + M_m \quad \text{Équation 2-12}$$

Avec  $M_f$  et  $M_m$ , les pourcentages massiques de fibres et de matrice.

$$v_c = v_m + v_f + v_p \quad \text{Équation 2-13}$$

Avec  $v_c$ ,  $v_m$ ,  $v_f$  et  $v_p$  respectivement les volumes du composite, de la matrice, des fibres et des porosités.

$$V_f = \frac{\rho_c}{\rho_f} \times M_f \quad \text{Équation 2-14}$$

Où  $\rho_c$  et  $\rho_f$  représentent respectivement les masses volumiques du composite et des fibres.  $V_f$  représente le taux volumique de fibre.

$$V_m = \frac{\rho_c}{\rho_m} \times M_m \quad \text{Équation 2-15}$$

Avec  $\rho_m$  et  $V_m$ , la masse et le taux volumique de matrice.

Le taux volumique de porosités ( $V_p$ ) est déduit par l'équation 2-16 [Kobayashi et al., 2013] :

$$V_p = 1 - (V_f + V_m) \quad \text{Équation 2-16}$$

### II.3.3.3 Microscopies

Pour observer l'imprégnation des mèches par la résine, les tranches des matériaux sont observées à l'aide d'un microscope optique ZEISS après polissage au micron.

Les faciès de rupture ont été analysés après les essais de traction avec un microscope électronique à balayage Neoscope JCM5000 ; ils sont observés après métallisation. Ces observations permettent d'identifier les différents modes d'endommagement.

### *II.3.4 Caractérisation des endommagements*

#### II.3.4.1 Emission acoustique

L'émission acoustique est le phénomène de génération d'ondes acoustiques transitoires résultant des micro-déplacements internes à un matériau sous l'effet d'une sollicitation. Grâce aux déplacements internes des constituants du matériau, un phénomène de création d'ondes élastiques est créé. Lorsque le matériau est sollicité, une partie de l'énergie emmagasinée est alors dissipée créant des microdéplacements de matière dont une fraction se retrouve sous la forme d'ondes élastiques. Chacun de ces microdéplacements est repérable par une salve. Cette libération d'énergie est le résultat d'amorçage de microfissure, de propagation de fissure, de rupture d'interface, de rupture de fibre ou de frottement à l'interface.

Au cours d'essais mécaniques comme la traction ou la compression, un suivi par émission acoustique a été réalisé, permettant d'interpréter les différents phénomènes d'endommagement et de rupture au sein du matériau. Ils sont liés au comportement de chaque constituant de base (matrice ou renfort) et à l'interface entre ces deux constituants. Pour ce faire, des capteurs acoustiques permettent de suivre l'évolution de l'endommagement : ce sont des capteurs piézo-électriques miniatures large bande (250-350 Hz) qui permettent de convertir l'onde d'émission acoustique qui est un signal discret « salve » en signal électrique. Deux capteurs sont utilisés pour les essais de traction et quatre capteurs sont utilisés pour les essais de compression. L'acquisition des événements se fera grâce à une chaîne d'acquisition Mistras à deux ou quatre voies munie de cartes d'acquisition et de pré-amplificateurs auxquels seront reliés les capteurs piézo-électriques. Les données seront enregistrées par le logiciel AEWin PCI2. Pour

les essais de traction ou de compression, les capteurs seront maintenus sur les éprouvettes grâce à des pinces. Un gel silicone agira comme agent de couplage entre le contact de l'éprouvette et la surface du capteur. La figure 2-18 décrit le principe de fonctionnement de l'émission acoustique.

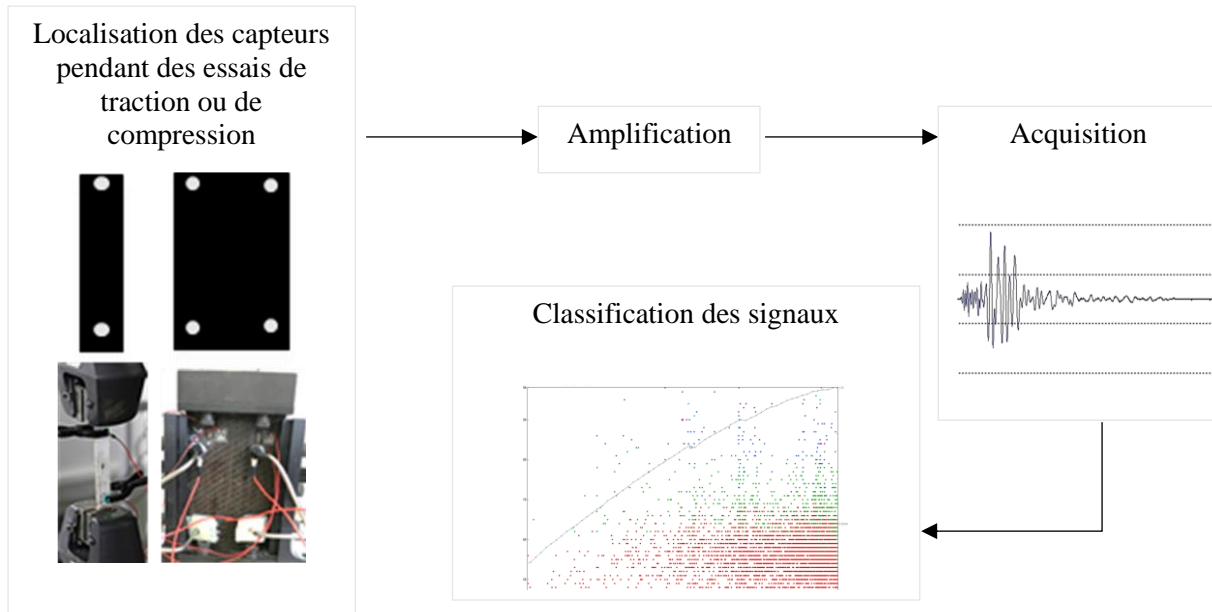


Figure 2-18 : Principe de fonctionnement de l'émission acoustique.

Le seuil (dB) doit être réglé avant de commencer l'essai. Il gouverne le niveau d'amplitude à partir duquel les signaux d'émission acoustique sont enregistrés. Il doit cependant être choisi de façon à prendre uniquement les signaux issus du matériau en considération. Des paramètres temporels doivent être également réglés avant le début de l'essai. Peak definition time (PDT) sert à mesurer le temps de montée entre le seuil et l'amplitude maximum. Hit definition time (HDT) permet d'individualiser et séparer les échos des salves. HLT (High lockout time) mesure le temps d'aveuglement ou d'inhibition des mesures de réflexions d'ondes qui arrivent après la fin de la salve [Thomas, 2011]. Pour des matériaux composites, en général, PDT sera de 50 $\mu$ s, HDT de 200  $\mu$ s et HLT de 300  $\mu$ s. Enfin, la mesure de la vitesse de propagation d'onde permet de localiser les événements uniquement entre les différents capteurs. Celle-ci est effectuée grâce à la rupture de mines de crayon à la surface des composites. La vitesse est calculée grâce au rapport de la distance sur le temps de propagation d'ondes entre les deux capteurs.

Les signaux collectés lors des essais de traction sont traités par un logiciel de traitement : Noesis, qui réalise une analyse statistique multivariable. Cette analyse permet de classifier les signaux, c'est-à-dire

de trouver des rapprochements entre des groupes de signaux dans un espace multidimensionnel en analysant plusieurs paramètres à la fois. Les paramètres ou descripteurs sont propres à chaque évènement qui est identifié par une forme d'onde (Figure 2-19). Les paramètres qui servent généralement à la classification sont ceux issus de l'étude temporelle : la durée du signal (duration), le nombre de coups (counts) : il s'agit du nombre de pics qui dépassent le seuil pendant la durée de la salve, l'amplitude : il s'agit de l'amplitude maximale du signal, le temps de montée (rise time) : c'est le temps qui sépare le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale de la salve ou l'énergie absolue qui correspond au contenu spectral du signal [Elouaer, 2011].

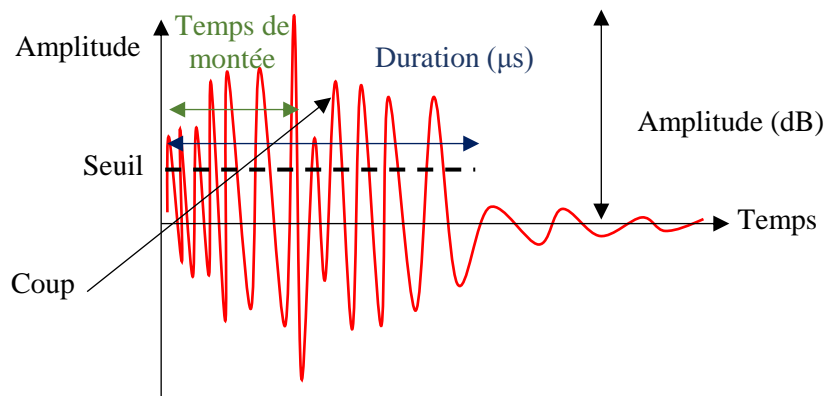


Figure 2-19 : Description des paramètres d'une salve.

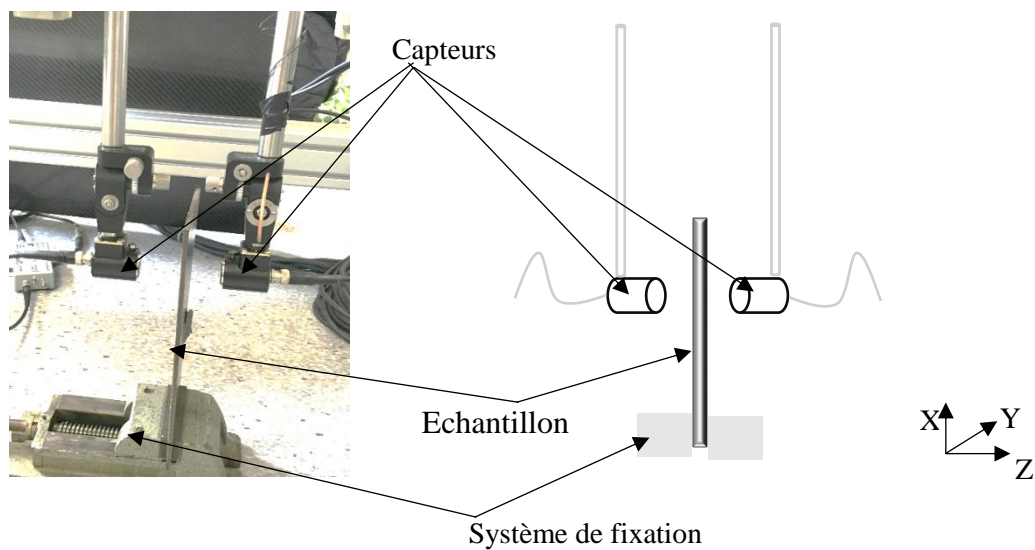
L'émission acoustique est utilisée ici pour interpréter les différents phénomènes physiques qui se passent au sein du matériau qui sont liés au comportement de la matrice, du renfort ou encore de l'interface.

#### II.3.4.2 Mesures topographiques

Dans le but de mesurer les défauts externes de plaques composites, une technique par bras Römer est utilisée. Dans un premier temps des points sont palpés à différents endroits afin de définir la surface plane de l'éprouvette. Dans un second temps, grâce à un laser, un scan de la plaque enregistre les différences d'épaisseur par rapport aux points de référence et permet ainsi de cartographier les différences de relief et de mesurer l'importance d'une indentation ou d'un impact dans le plan avec une précision de 20  $\mu\text{m}$ .

### II.3.4.3 Ultrasons (C-scan)

La technique des ultrasons est l'une des méthodes de contrôle non destructif des matériaux. Elle consiste à évaluer l'étendue et la géométrie de l'endommagement interne du matériau. Les essais ont été effectués dans l'air grâce au mode transmission sur un système fourni par la société Physical Acoustics et décrit sur la figure 2-20. Deux transducteurs d'1 MHz sont placés à 1 cm de part et d'autre de l'échantillon à analyser. Ils sont parfaitement alignés l'un par rapport à l'autre et se déplacent simultanément en X et Y afin de scanner l'intégralité du composite.



**Figure 2-20 : Description de la technique d'ultrasons dans l'air.**

Un signal est envoyé par le premier capteur, traverse le matériau, et 100 % de ce signal est réceptionné par le second capteur se trouvant de l'autre côté de l'échantillon à analyser dans le cas où le matériau est sain [Lepiller et al., 2011].

Pour régler le matériel, une partie de la plaque non endommagée est testée et l'amplitude du signal reçu est analysée par le capteur en fonction du temps (A-scan). L'axe du temps peut donner l'épaisseur, si on connaît la vitesse  $v$  de propagation du son dans le matériau. Sur la figure 2-21, sur l'A-scan, à  $t=0$ , un premier pic (porte rouge) est observé, il représente l'émission du signal par le premier capteur et le dernier (porte verte) qui est l'écho reçu par le second capteur. Dans le cas d'un matériau stratifié sain, plusieurs pics peuvent apparaître entre ces deux pics (porte bleue). Ce phénomène appelé aussi bruit de

structure est dû aux réflexions multiples des interfaces. Par contre, la présence d'un défaut bloque la propagation du signal et le signal est alors atténué ou absent (Figure 2-21b).

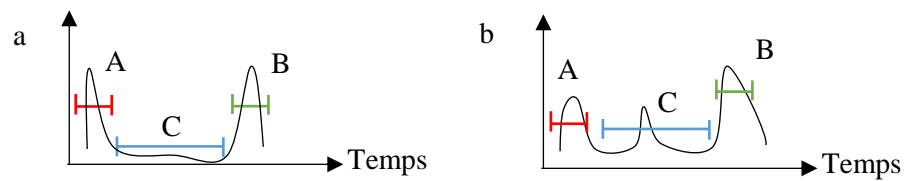


Figure 2-21 : Echos des ultrasons dans l'air : zone saine (a) et zone endommagée (b).

Afin de mieux détecter les endommagements, il faut régler le gain général et la courbe DAC (courbe de correction amplitude-distance) pour avoir 100% du signal en (A) et (B). Dès lors, des portes d'observations (limites d'entrée (porte A) et de sortie (porte B) de l'onde sur le matériau pour les différentes plages temporelles) sont ensuite définies dans les zones d'études où des endommagements peuvent être visibles. Grâce à ces portes, les plaques de composites pourront être cartographiées (C-scan) et les défauts internes pourront ainsi être identifiés (porte C). Les zones défectueuses pourront alors être repérées grâce à une coloration différente entre les zones saines et les zones défectueuses.

#### II.3.4.4 Tomographie X

La tomographie est une technique de mesure de contrôle non-destructive permettant d'analyser l'état interne d'un échantillon. Dans notre cas, l'acquisition des images a été réalisée sur un microtomographe UltraTom du fabricant RX solution. Les mesures ont été faites sur des éprouvettes de dimension 150\*25 mm après avoir été impactées. Ce moyen de mesure est décrit sur la figure 2-22.

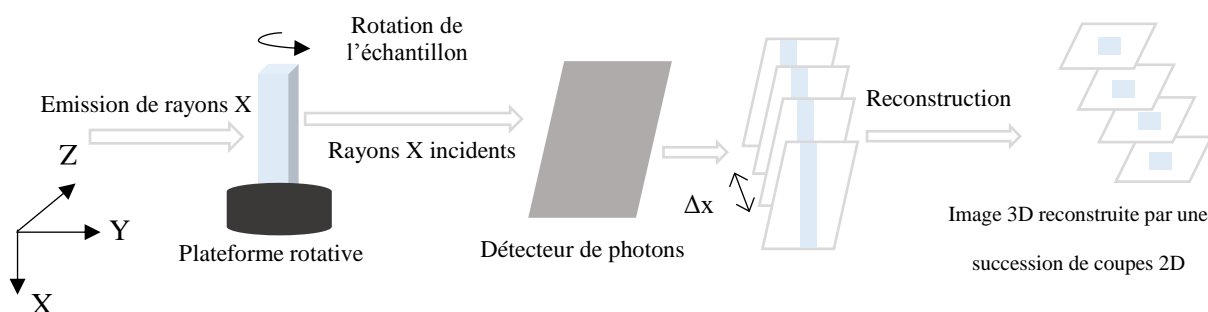


Figure 2-22 : Principe de fonctionnement de la tomographie X.

Il fonctionne grâce à un faisceau de rayons X qui est envoyé à travers l'échantillon. Des capteurs, situés derrière l'échantillon, permettent de détecter le rayon transmis. L'échantillon est placé sur une

plateforme pivotante : des prises de vues multiples sont réalisées selon des orientations différentes et à des pas de mesure  $\Delta x$  réguliers permettant ainsi la reconstruction de volumes [Carmona, 2009]. La reconstruction tomographique est possible grâce à l'utilisation de plusieurs types d'algorithmes. Les images enregistrées avec le tomographe ont été ensuite reconstruites par le logiciel Imagej - Fiji, qui a facilité l'observation de l'endommagement des échantillons dans tout leur volume. Les images collectées avaient un format de 1500x350 pixels avec une résolution de 14,3  $\mu\text{m}$ .

## **Bilan de la partie 2**

Cette partie a permis dans un premier temps de décrire les deux matériaux, fibre et matrice, qui permettront d'élaborer l'éco-composite. Elle nous a permis de connaître l'origine de ces deux constituants, leurs propriétés ainsi que leurs exigences de mise en œuvre. La fibre de lin sera sous deux natures différentes : Lin A et Lin B, et le Polyamide 11 sera sous deux types de formes : film ou poudre.

Avant d'être mis en œuvre par thermocompression il sera intéressant de connaître les caractéristiques des constituants : pour cela, des mesures sur chacune des formes de chacun des constituants sont nécessaires.

Une fois les composites élaborés, leurs propriétés pourront être déterminées par différentes techniques. Les moyens de caractérisation ainsi que les paramètres d'essais mécaniques ont été dans un premier temps décrits afin de connaître les caractéristiques macroscopiques des composites. Pour cela, ils subiront divers tests quasi-statiques comme la traction ou la compression où les déformations seront mesurées soit par corrélation d'image soit par jauges extensométriques. Des tests de flexion et des tests d'impact seront également réalisés.

Les composites subiront également des analyses mécaniques dynamiques, des mesures de densité et de porosité ou des observations microscopiques qui permettront de connaître leurs propriétés microstructurales.

Afin de caractériser l'endommagement des composites, différentes techniques de contrôle non-destructives seront utilisées telles que l'émission acoustique pour pouvoir détecter comment le composite s'endommage sous l'effet de sollicitations quasi-statiques. Des mesures topographiques nous permettront de cartographier l'état externe du composite. Enfin des mesures par ultrasons ainsi que par tomographie évalueront l'état interne des composites.





## Partie 3 : Optimisation de la mise en œuvre et caractérisation du composite



### **Introduction de la partie 3**

La thermocompression est la technique utilisée pour mettre en œuvre le composite. Les paramètres à optimiser sont le temps de maintien, la température et la pression. Tout d'abord, ce sont les propriétés des constituants qui permettront de définir les conditions initiales de mise en œuvre. Ensuite, « un premier set » de plaques de composite sera élaboré, à partir de lin A et de poudre de PA11. Les conditions de mise en œuvre seront alors optimisées afin d'obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques du composite en traction. Les paramètres optimaux de ce « premier set » seront dans un second temps appliqués à un « deuxième set » dans le but d'optimiser les propriétés des composites en jouant sur la nature des constituants initiaux : lin A ou lin B, et Polyamide 11 en poudre ou en film.

Une fois ces paramètres optimaux identifiés, la carte matériau sera définie sur des composites quatre plis et huit plis en déterminant les propriétés des composites en traction, flexion et compression et ceci pour diverses orientations : longitudinale, transverse et en cisaillement.

Enfin, un suivi de tous les essais de traction sera réalisé via la technique d'émission acoustique afin d'analyser le scénario d'endommagement des différents composites.



## Chapitre I : Optimisation de la mise en œuvre

Cette phase d'optimisation va détailler dans un premier temps la manière dont seront préparés les constituants avant de définir, grâce aux caractérisations des constituants seuls, les choix préliminaires de mise en œuvre. Ensuite, les propriétés des composites seront évaluées en deux étapes : la première visant à trouver les paramètres optimaux ; la seconde visant à trouver le meilleur couple fibre/matrice.

### I.1 Préparation des constituants

Les composites seront constitués de 50% en masse de fibre (lin A ou lin B) et de matrice (poudre ou film). La figure 3-1 décrit par exemple la superposition des constituants pour un composite de quatre plis. Comme décrit dans la partie 2, le moule sera dans un premier temps traité par un agent démoulant thermoplastique. Afin que les fibres ne soient pas en contact avec le moule, elles seront de part et d'autre protégées par du PA11. S'alterneront alors des couches de fibres et de PA11. Pour ce faire, les quatre couches de lin seront découpées à la taille du moule puis pesées. La même masse de PA11 sera pesée puis divisée en cinq couches, et répartie à chaque interface. En ce qui concerne le PA11 en poudre, les couches de polymères seront saupoudrées sur toute la surface du lin. Pour les films, ils seront découpés à la dimension des tissus de lin et posés sur le lin.

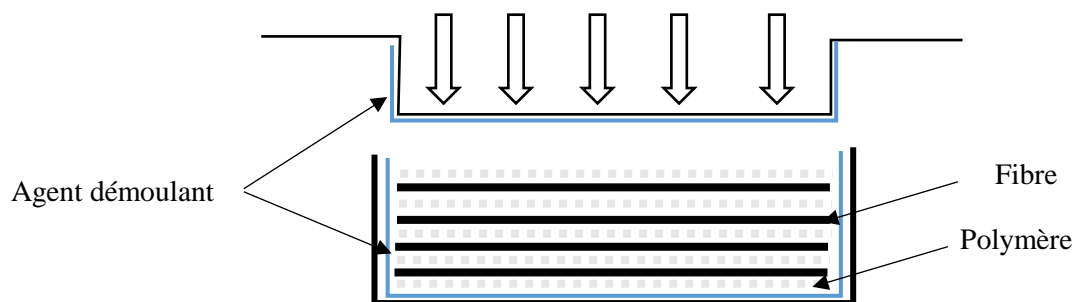


Figure 3-1 : Mise en place des constituants dans le moule.

Une fois découpés et pesés, il est nécessaire d'étuver les constituants initiaux. Le Karl Fisher nous a permis de déterminer qu'un étuvage de 12h à 80 °C permettait de réduire le taux d'humidité des fibres de 4,5% à 0,5% et de la matrice de 0,1% à 0,05% [Lebaupin et al., 2016]. Une fois cette étape réalisée, les constituants peuvent être insérés dans le moule.

## I.2 Cycle de thermocompression

Les propriétés de chacun des constituants permettent de prédéfinir les paramètres de thermocompression.

Tout d'abord les deux formes de polymère ont été testées thermiquement grâce à des mesures par DSC. Les deux cycles de montées en température pour chaque type de polymère sont décrits sur la figure 3-2. D'une manière globale, les propriétés des deux formes de PA11 sont très proches. Un pic endothermique à 190°C est visible lors de la première montée en température. Il correspond à la fusion de la phase pseudo-hexagonale de la phase cristalline du Polyamide 11 [Boisot et al., 2011]. L'aire sous le pic de fusion nous permet aussi de caractériser le taux de cristallinité du PA11 en utilisant l'équation 2-1. Il est de 35% pour le PA11 en poudre et de 26% pour le PA11 en film. Une autre information est également visible sur ce diagramme : la phase de transition vitreuse, qui caractérise la phase amorphe du PA11, se situe aux alentours de 49°C. Durant la deuxième montée en température du Polyamide 11, deux pics endothermiques sont observables : en plus du pic de fusion à 190°C, apparaît un pic à 182 °C qui est dû à la fusion de la phase smectique du PA11 [Gaudefroy et al., 2002].

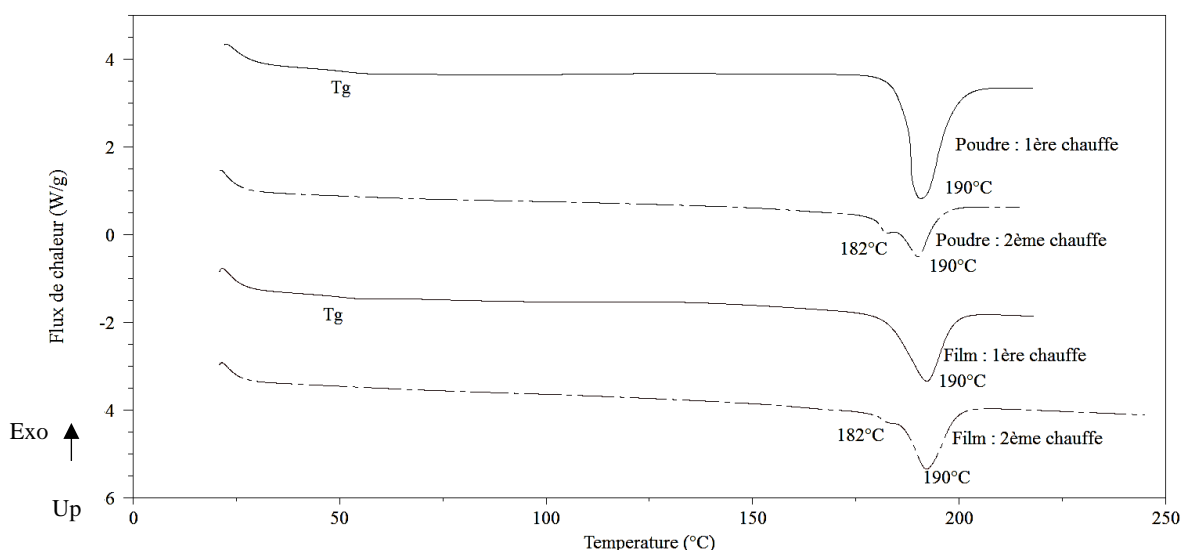
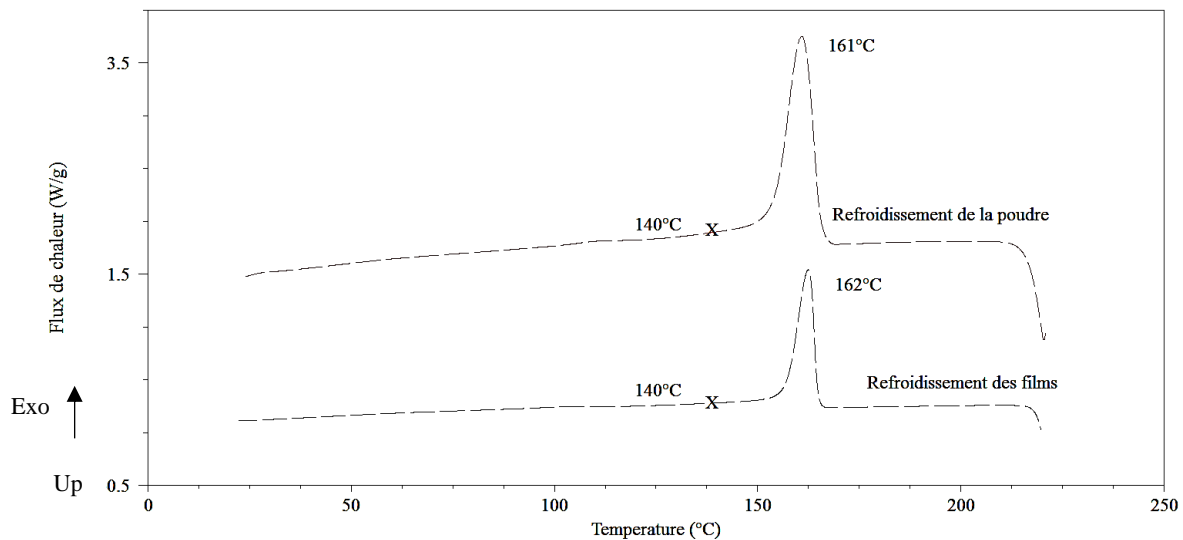


Figure 3-2 : Thermogramme de fusion des deux formes de PA11 durant la première et la seconde chauffe.

La température de cristallisation est déterminée grâce à la courbe de refroidissement de DSC, décrite par la figure 3-3 : le pic de cristallisation est à environ 161°C pour les deux formes de PA11, avec une

fin de cristallisation à 140°C. Ces caractéristiques thermiques nous permettent d'identifier une partie des paramètres de process : une température minimale de mise en œuvre de 190°C sera exigée et une température de 140°C devra être atteinte pour le refroidissement du composite afin que le composite soit cristallisé.



**Figure 3-3 : Thermogramme de cristallisation des deux formes de PA11 durant le refroidissement.**

Les températures caractéristiques étant déterminées, la viscosité des deux formes de PA11 doit être mesurée pour des températures à partir de 190°C. Les viscosités seront déterminées pendant un cycle d'une heure à une faible fréquence de sollicitation (1Hz) car le PA11 n'est soumis à aucune force de cisaillement pendant un cycle de thermocompression. Les températures testées seront : 190, 200, 210 et 220°C. Les résultats sont présentés sur la figure 3-4. On observe que, d'une manière générale, la viscosité du film est inférieure à celle de la poudre car ces deux formes ont des grades différents. Aussi, leur comportement en fonction du temps est différent. Le film a une viscosité constante tout au long de l'essai. Plus les températures sont élevées et plus sa viscosité est faible : en effet, elle est de 400, 320, 180 et 150 Pa.s respectivement pour des températures de 190, 200, 210 et 220 °C. La poudre, quant à elle, a une allure pouvant être séparée entre deux parties : pour les 1000 premières secondes du test, plus la température est élevée, moins la viscosité est importante excepté pour une température de 220°C. Après 1000 secondes, le phénomène s'inverse : la viscosité augmente avec l'augmentation de la température. Au bout d'une heure, sa viscosité est de 3000, 3500, 5000 et 7500 Pa.s respectivement pour



des températures de 190, 200, 210 et 220 °C. Cette différence de comportement entre ces deux formes de PA11 est due au fait que la poudre est l'état initial du polymère, dans lequel le polymère a une polymérisation non figée alors que le film est un état transformé de la poudre. C'est pour cela qu'une augmentation importante est observée pendant les premières minutes du test dans le cas de la poudre : ceci est dû à l'augmentation de la masse molaire du polymère qui tend à se stabiliser avec le temps.

Ces résultats montrent que, pour ne pas atteindre des viscosités trop importantes, le temps de maintien à haute température devra être assez long pour faire suffisamment fondre le polymère mais ne devra pas excéder un temps trop important afin que le polymère ne soit pas trop visqueux. Le temps de maintien sera donc fixé à cinq minutes où les viscosités seront environ de 1000 Pa.s pour toutes les températures. Ces mesures rhéologiques permettent de compléter les mesures thermiques concernant le comportement du PA11.

Enfin, les contraintes thermiques concernant les fibres de lin nous confortent dans le choix de ne pas les exposer plus de 5 minutes à 210 °C [Van de Velde et al., 2003].

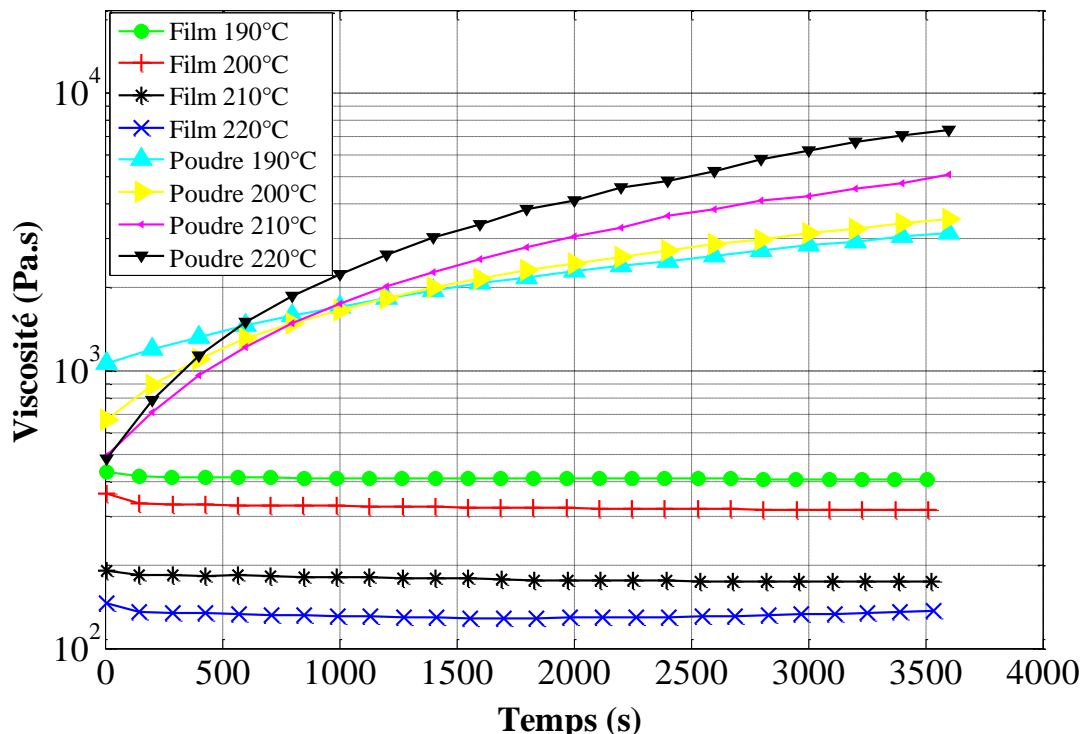


Figure 3-4 : Viscosité des deux formes de polymère en fonction du temps à 190, 200, 210 et 220°C.

En ce qui concerne les pressions de mise en œuvre, Medina et al. ont montré qu'une pression trop importante peut dégrader les propriétés des fibres [Medina et al., 2009].

De par ces différentes investigations, plusieurs conclusions peuvent être prises concernant le cycle de thermocompression :

- Les températures de mise en œuvre testées seront de 190, 200 ou 210°C ;
- Afin que les fibres ne subissent pas de dégradation et que le polymère ne devienne pas trop visqueux, un temps de maintien en température de 5 minutes sera imposé ;
- Trois types de pression seront envisagées pour le process : une pression faible de 35 bars, une pression modérée de 65 bars ainsi qu'une pression de 100 bars afin de voir l'effet de la force de pression sur les propriétés finales des composites ;
- Le composite devra être démoulé en-dessous de 140 °C afin que le PA11 soit bien cristallisé ;
- La température de refroidissement est imposée par les thermorégulateurs à une vitesse de 2°C/minute.

Les étapes de thermocompression peuvent donc être envisagées de la manière suivante, comme décrit dans la figure 3-5 :

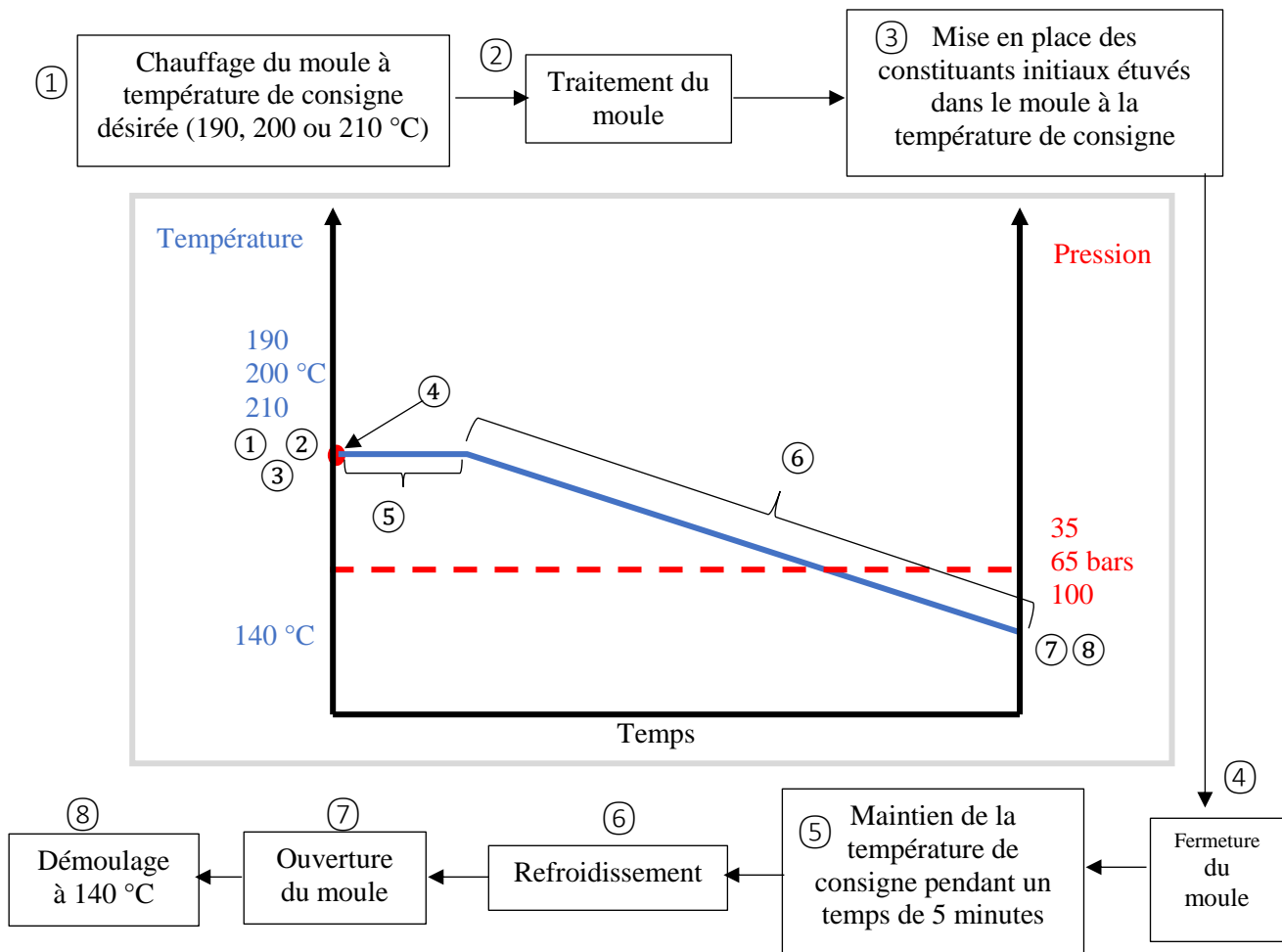


Figure 3-5 : Diagramme de mise en œuvre des composites.

### I.3 Optimisation des paramètres de mise en œuvre

Pour cette optimisation, un « premier set » de plaques de composites constituées de lin A et de poudre PA11 a été élaboré. Les composites seront constitués de quatre plis de lin où les plis sont tous dans la même direction ; la sollicitation se fera dans la direction des fibres. Pour cette optimisation, les trois valeurs de température et de pression seront testées afin de savoir lesquelles donnent les meilleures propriétés mécaniques en traction. Pour cela, le module d'Young, la contrainte à la rupture ainsi que la déformation à la rupture seront analysés pour chacune des configurations de mise en œuvre. Les configurations étudiées sont résumées dans le tableau 3-1.

Configuration	Fibre de lin UD	Matrice	Température de moulage (°C)	Pression de moulage (bars)
1	Lin A	Poudre	190	35
2	Lin A	Poudre	190	65
3	Lin A	Poudre	190	100
4	Lin A	Poudre	200	65
5	Lin A	Poudre	210	65
6	Lin A	Poudre	200	35

Effet de la température

Effet de la pression

Tableau 3-1 : Tableau des configurations réalisées pour la phase d'optimisation des paramètres de mise en œuvre.

### 1.3.1 Mesures des propriétés mécaniques

Dans un premier temps, pour analyser le comportement du composite lin/Polyamide 11 de manière générale, un exemple de courbe contrainte-déformation a été tracé sur la figure 3-6.

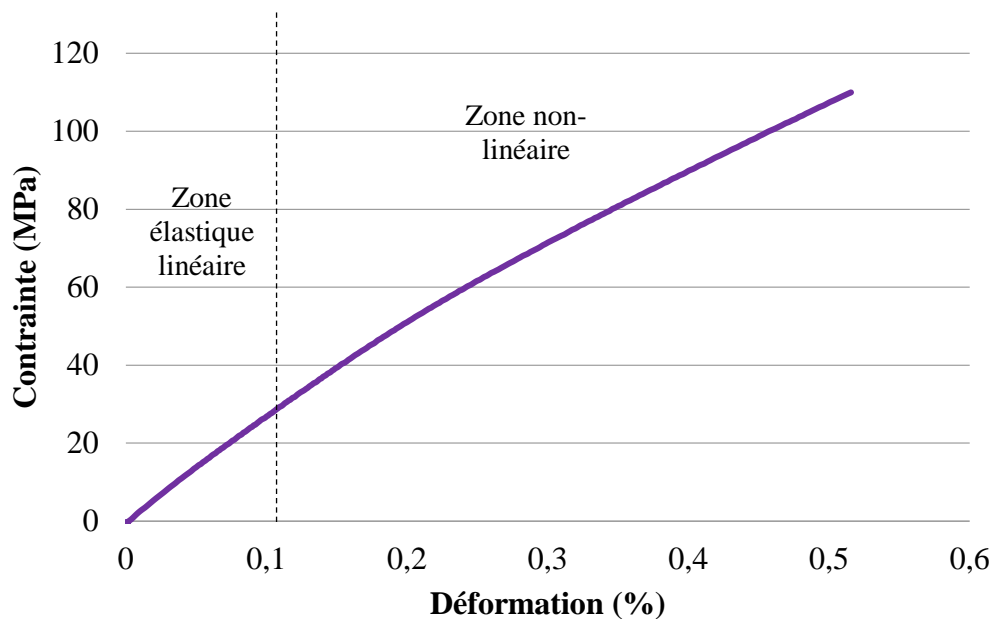


Figure 3-6 : Exemple de courbe contrainte-déformation pour une éprouvette lin/Polyamide 11 lors d'un essai de traction.

Le composite lin/Polyamide 11 présente une courbe de traction à deux zones : à faible déformation, il possède une zone élastique linéaire et ensuite apparaît une zone non-linéaire jusqu'à sa rupture sans striction.

La figure 3-7 présente les courbes contrainte-déformation pour les six configurations de composites. Cinq échantillons de composite de chaque configuration ont été testés. La courbe la plus significative

de chaque essai a été tracée pour chaque composite. Le module d'Young caractérisant la rigidité du composite ainsi que la contrainte et la déformation à la rupture sont analysés.

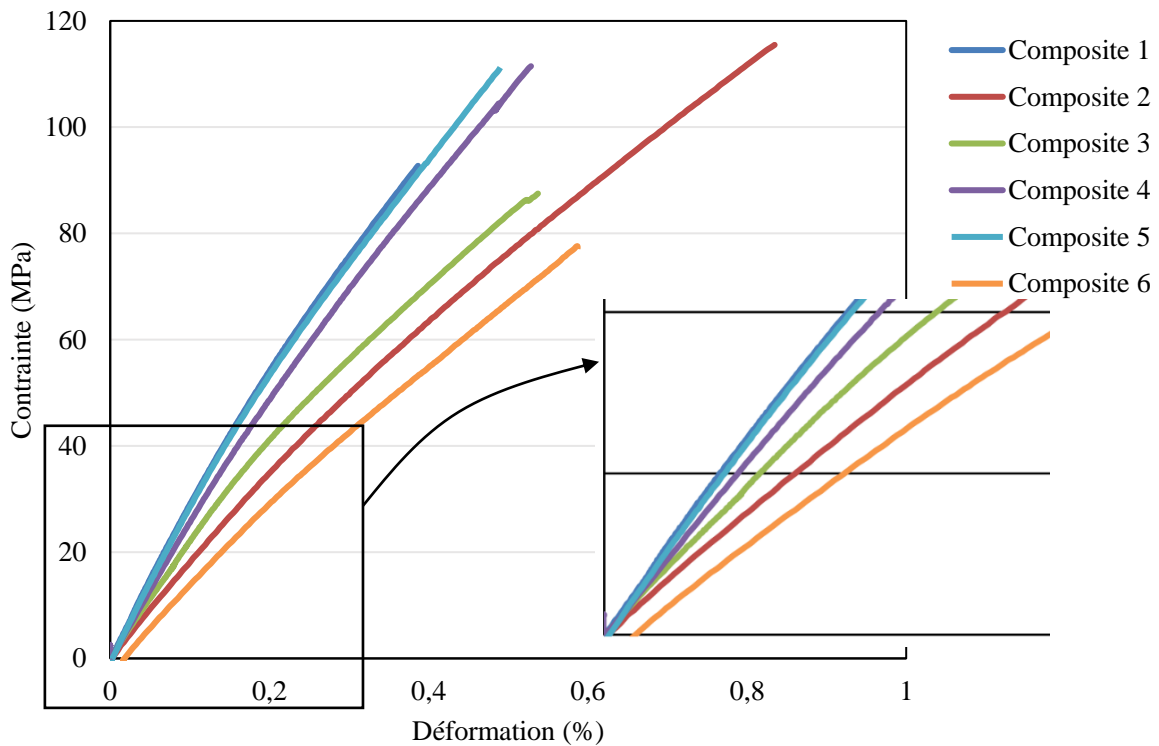


Figure 3-7 : Courbes contrainte-déformation pour les six configurations de composites.

Ce sont les composites 1, 4 et 5 qui possèdent les meilleures rigidités. En effet, leurs pentes dans la zone élastique sont plus accentuées que pour les autres composites. Le composite 6 a un faible module d'Young. Concernant la contrainte à la rupture, ce sont les composites 2, 4 et 5 qui sont les plus performants avec environ 110 MPa, contrairement aux composites 3 et 6 qui possèdent des contraintes à rupture autour de 80 MPa. Enfin, la déformation à la rupture est plus élevée pour le composite 2.

Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques de traction pour les six configurations de composites testées sont présentées dans le tableau 3-2.

Composite	1	2	3	4	5	6
Module de Young (GPa)	29,6±1,80	20,7±3,30	22±1,30	26,6±2,50	29,9±2,80	16,9±1,30
Contrainte à la rupture (MPa)	90,7±16	117±16,4	84,5±2,5	106,6±7,46	116,1±17	72,8±12,7
Déformation à la rupture (%)	0,37±0,11	0,63±0,24	0,47±0,07	0,51±0,16	0,54±0,06	0,61±0,04

Effet de la température

Effet de la pression

**Tableau 3-2 - Propriétés mécaniques en traction des six configurations de composites (moyennes sur cinq essais).**

Les résultats montrent que les composites 2, 4 et 5, qui ont les meilleures contraintes à la rupture, ont été mis en œuvre à la même pression de 65 bars mais avec des températures différentes (190, 200 et 210 °C). Pour une pression de mise en œuvre de 65 bars, la température de mise en œuvre a donc peu d'influence sur la contrainte à la rupture. Pour le module d'Young, les composites 4 et 5 ont également une meilleure rigidité ; le composite 2, quant à lui, a une rigidité plus faible du fait de sa température de mise en œuvre plus faible. En revanche le composite 3, obtenu à 190°C et 100 bars et le composite 6 obtenu à 200°C et 35 bars ont des contraintes faibles : le composite 3 a subi une dégradation due à une trop forte pression (100 bars) appliquée aux fibres [Kiran et al., 2011] ; le composite 6, quant à lui a été obtenu à une trop faible pression (35 bars). Le composite 6 mis en œuvre à 200 °C et 35 bars possède une faible rigidité contrairement au composite 4 qui a subi la même température de mise en œuvre mais une pression plus élevée : ceci peut s'expliquer par le fait qu'à 200°C, une pression de 35 bars est trop faible pour correctement imprégner les fibres de lin.

En conclusion, ces résultats montrent qu'une pression de 35 bars n'est pas assez importante pour obtenir une imprégnation correcte ; une pression de 100 bars dégrade les fibres, 65 bars semble donc être le meilleur compromis. Concernant la température, plus elle est élevée, et meilleure est la fluidité du PA11 (à faible temps de maintien) : 210 °C semble donc être la température la plus appropriée pour la mise en œuvre. C'est donc le composite de la configuration 5, élaboré à 210 °C et 65 bars, qui présente les meilleures propriétés mécaniques.

### 1.3.2 Mesure des propriétés microstructurales

Les propriétés microstructurales vont être déterminées à l'aide de deux techniques : analyse mécanique dynamique et mesure du taux de porosités.

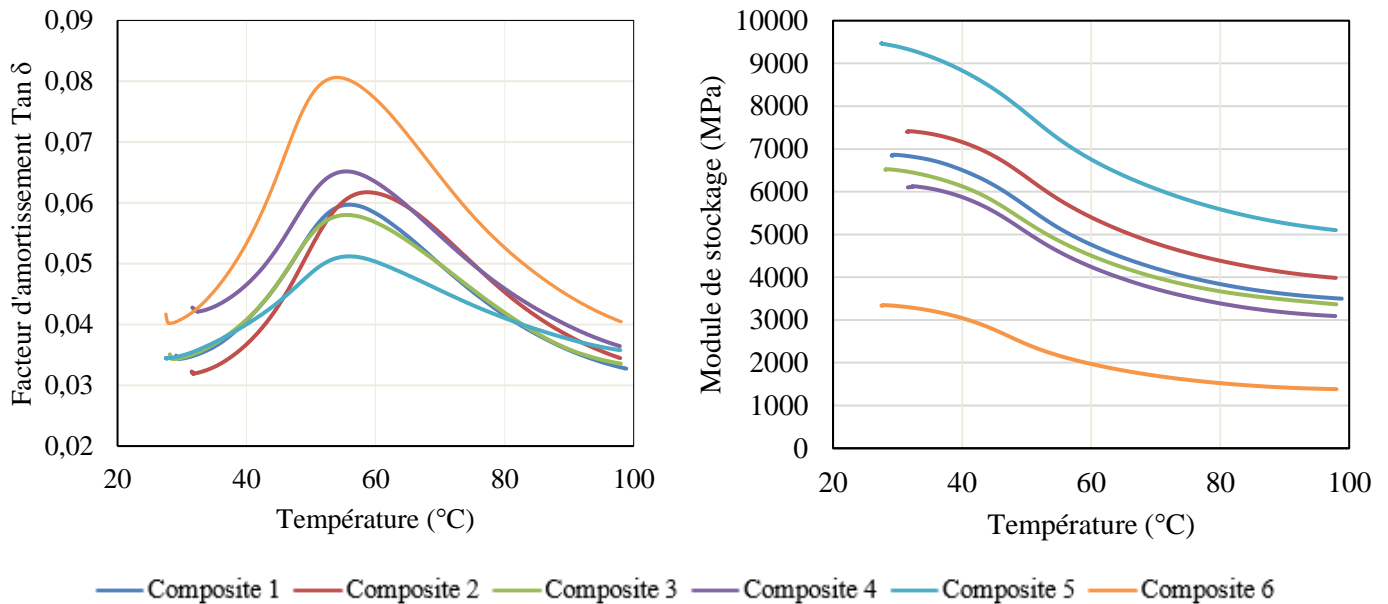


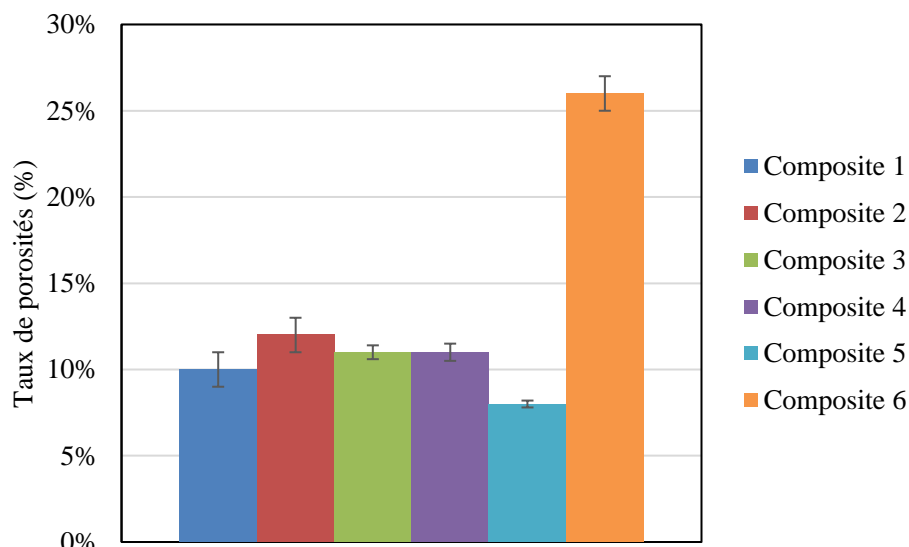
Figure 3-8 : Evolution du facteur d'amortissement et du module de stockage en fonction de la température pour les six configurations de composite.

Les analyses mécaniques dynamiques nous ont permis de tracer le module de stockage ainsi que le facteur de perte entre 25 et 100°C (figure 3-8). Le module de stockage est souvent associé à la rigidité du composite et est directement lié au module d'Young. De façon générale, le module de stockage  $E'$  diminue lorsque la température augmente : ceci est dû à l'augmentation de la mobilité des chaînes de polymère [Hong et al., 2008]. Le facteur de perte est lié aux mouvements moléculaires [Saba et al., 2016]. Dans le cas d'un polymère, les chaînes ont une mobilité importante. Lorsque des fibres sont incorporées au polymère, la mobilité des chaînes moléculaires va diminuer étant donné qu'elles sont bloquées par les fibres. Plus ce facteur sera faible et meilleure sera la qualité de l'interface fibre/matrice [Aziz et al., 2004].

Sur la figure 3-8, on peut constater que le composite 5 a le module de stockage le plus élevé, de la même manière qu'il représentait le plus haut module d'Young lors des essais de traction. Le facteur de perte augmente pour des températures allant de 25 à 55 °C puis diminue de 55 à 100 °C : son maximum se

trouve à environ 55 °C pour tous les composites, ce qui correspond à la température de transition vitreuse du composite comme déterminé dans la figure 3-2 par DSC sur la résine seule. C'est le composite 5 qui correspond à la valeur de facteur de perte la plus faible et le composite 6 qui correspond la valeur de facteur de perte la plus élevée. Ceci peut alors se traduire par le fait que le composite 5 a une meilleure qualité d'interface que les autres composites. Ceci confirme ses meilleures caractéristiques en traction.

En ce qui concerne le taux de porosités, la figure 3-9 présente les valeurs mesurées par la technique de la poussée d'Archimède pour les six configurations de composites testées. C'est le composite 5 qui possède le taux de porosité le plus faible et le composite 6 qui possède le taux de porosité le plus haut (26%). Concernant les 4 autres composites, ils possèdent tous un taux de porosité autour de 10%. Ces résultats sont en bonne concordance avec les propriétés mécaniques en traction obtenues pour chaque configuration : le taux de porosité le plus faible correspond aux propriétés mécaniques les plus élevées (composite 5).



**Figure 3-9 : Taux de porosités mesurés pour les différentes configurations de composites.**

L'ensemble de ces résultats, obtenus sur un « premier set » de composites élaborés avec du lin A et du PA11 en poudre, montre que la configuration optimale est la configuration 5 avec une température de 210°C et une pression de maintien de 65 bars.



## I.4 Optimisation des constituants

Afin d'optimiser les constituants du composite, d'autres plaques ont été réalisées en changeant les constituants utilisés tout en conservant les paramètres de mise en œuvre optimisés soit 210°C et 65 bars (figure 3-10).

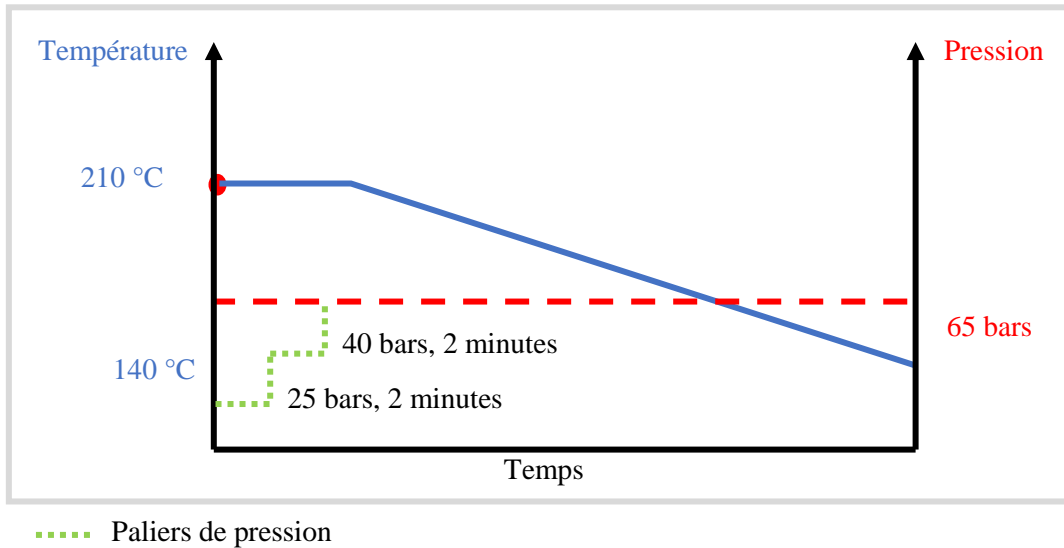


Figure 3-10 : Diagramme de mise en œuvre pour l'optimisation des constituants.

Pour ce « deuxième set » de composites, une autre configuration de mise en œuvre sera également testée : des paliers de pression seront appliqués au composite plutôt qu'une pression directe de 65 bars. Le tableau 3-3 résume les configurations de composites envisagées pour ce « deuxième set ». Ces composites seront comparés au composite 5 qui a été optimisé dans la partie précédente.

Configuration	Fibre de lin UD	Matrice	Température de moulage (°C)	Pression de moulage (bars)
7	Lin B	Film	210	65
8	Lin A	Film	210	65
9	Lin B	Poudre	210	65
10	Lin B	Film	210	25, 40 et 65

Tableau 3-3 : Configurations des composites pour l'optimisation des constituants.

### I.4.1 Mesures des propriétés mécaniques

Tout d'abord, des essais de traction ont été réalisés sur cinq échantillons de chacune des configurations de ce « deuxième set ». Les résultats sont présentés dans la figure 3-11.

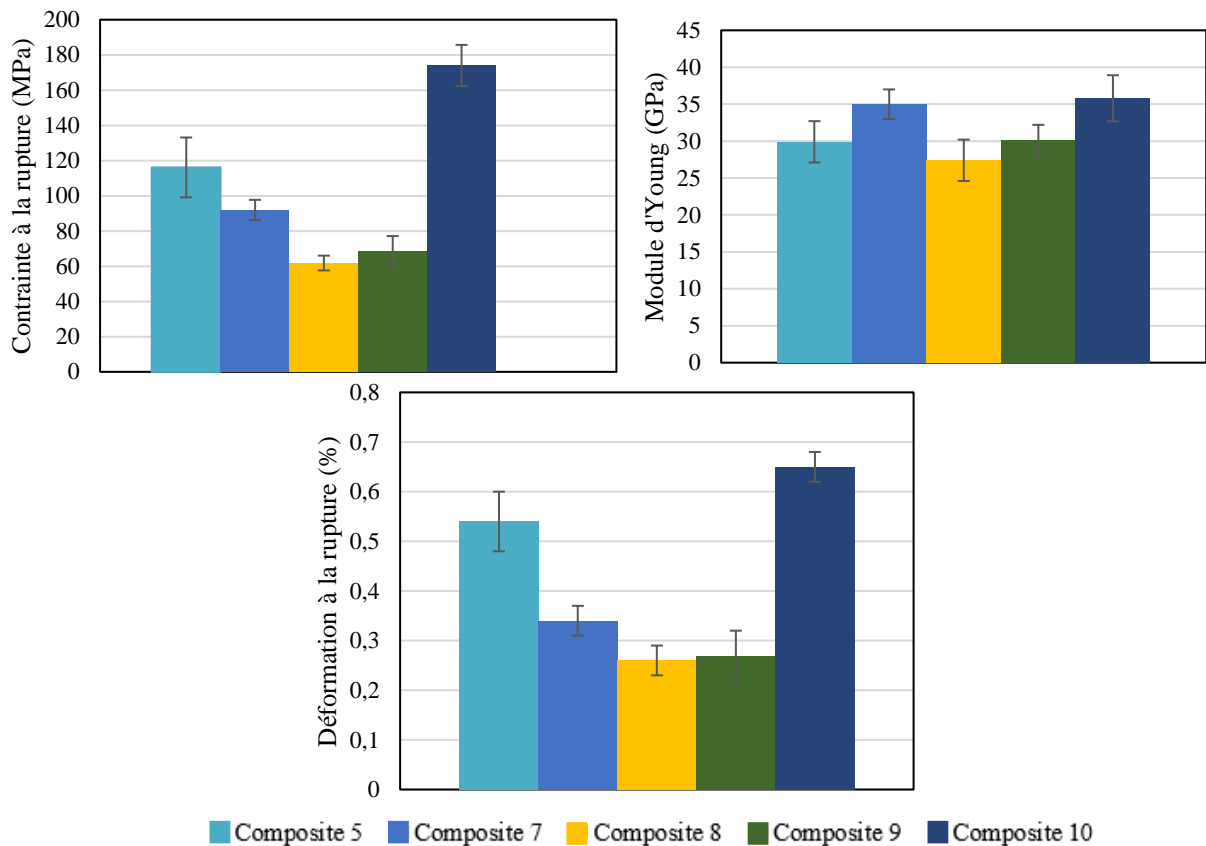


Figure 3-11 : Contrainte à la rupture, module d'Young et déformation à la rupture en traction pour les composites 5, 7, 8, 9 et 10.

En regardant le module d'Young, c'est le composite 7 et le composite 10 qui obtiennent les meilleures propriétés avec des valeurs de 35GPa. Ces configurations permettent d'améliorer le composite 5, optimisé dans la partie précédente qui avait une valeur de module d'Young de 30GPa. Le lin de type B avec le Polyamide en film permet donc d'obtenir un composite de meilleure rigidité que le composite lin A/poudre (composite 5). Le module des autres composites est plus faible. Concernant la contrainte à la rupture, le composite 7 a une faible contrainte à la rupture comparée à celle du composite 5. Celle-ci est maximisée pour le composite 10 : 174 MPa. Cette configuration a été réalisée en appliquant des paliers de pression durant la mise en œuvre du composite.

## I.4.2 Mesure des propriétés microstructurales

### I.4.2.1 Analyses mécaniques dynamiques

Comme pour le « premier set » de composites, des analyses mécaniques dynamiques ont été effectuées sur chaque nouvelle configuration. Les résultats sont présentés sur la figure 3-12.

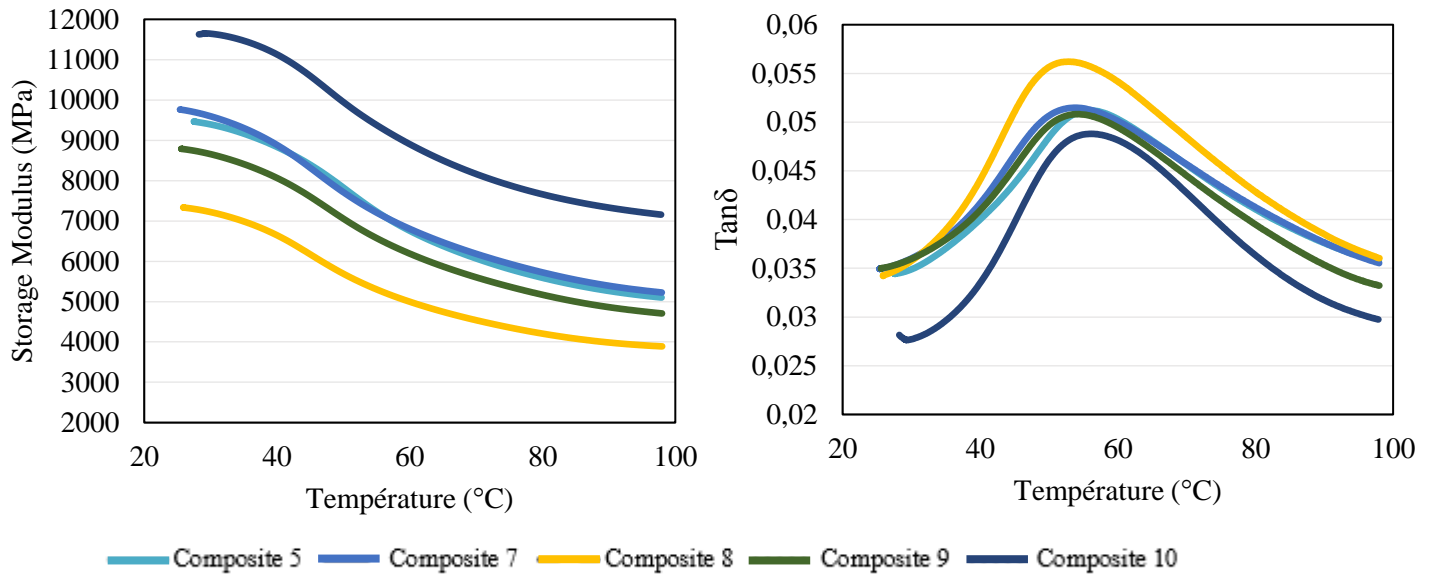


Figure 3-12 : Analyses mécaniques dynamiques des composites 5, 7, 8, 9 et 10.

Le meilleur module de stockage ainsi que le plus faible facteur de perte ont été obtenus pour le composite 10, qui présentait également les meilleures propriétés mécaniques. Cela montre une nouvelle fois la bonne concordance entre les résultats de DMA et les résultats de traction.

### I.4.2.2 Taux de porosité

Des mesures de porosités ont également été réalisées sur ces composites (figure 3-13).

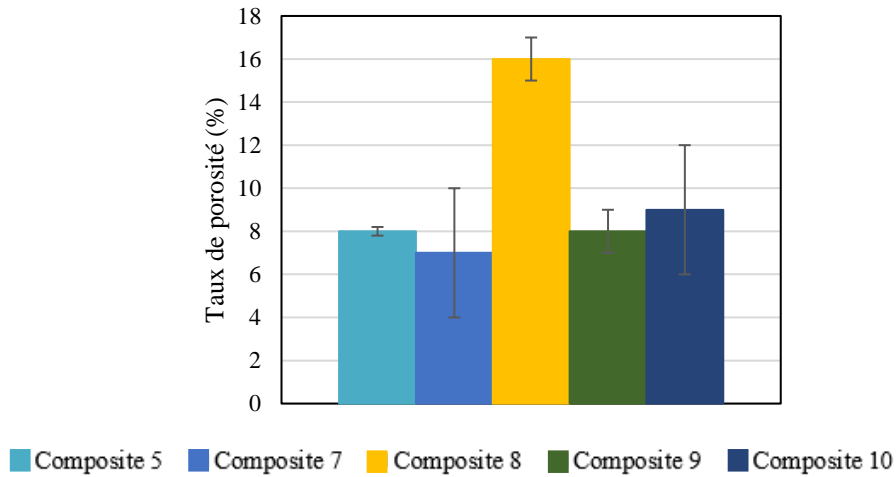


Figure 3-13 : Taux de porosité pour les composites 5, 7, 8, 9 et 10.

Un taux élevé de porosités est observé pour le composite 8, ce qui correspond aussi aux valeurs les plus faibles de module d'Young et de contrainte à la rupture. Le taux de porosités est de 9% pour le composite 10 et de 7% pour le composite 7 : les paliers de pression ne semblent donc pas avoir d'influence sur le taux de porosité.

#### I.4.2.3 Observations microstructurales

Pour comprendre l'influence des paliers de pression, il est important de regarder les sections des composites. Les clichés MEB des composites 7 et 10 sont comparés sur la figure 3-14.

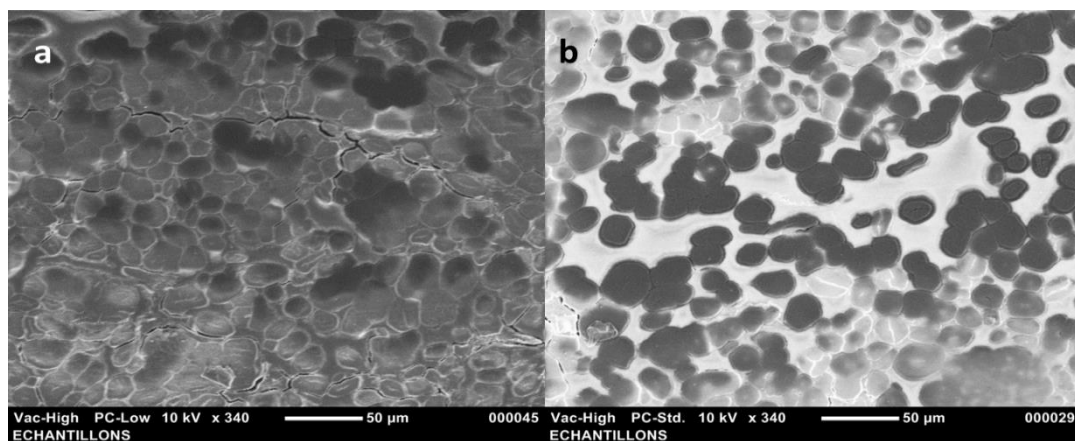


Figure 3-14 : Observation des sections des composites 7 (a) et 10 (b).

Les fibres dans le cas du composite 7 sont sous la forme de mèches ; elles ne sont pas individualisées contrairement au composite 10 où les fibres sont bien dispersées dans la matrice. Ceci est dû à l'amélioration de l'imprégnation des fibres par la matrice du fait des paliers de pression appliqués au

composite 10. Michaud et al. ont également observé ce phénomène sur des composites fibre de verre/thermoplastique : la meilleure imprégnation des mèches était obtenue avec des paliers de pression [Michaud et al., 2001].

Ce chapitre nous a permis de sélectionner les constituants ainsi que les paramètres de mise en œuvre qui permettent d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques en traction. Les propriétés optimales sont obtenues pour un composite Lin B/Polyamide 11 en film réalisé à 210 °C et 25,40 et 65 bars en paliers de pression. Cette configuration de mise en œuvre ainsi que ces constituants seront donc utilisés dans la suite de l'étude.

## Chapitre II : Caractérisation du composite : Identification de la carte matériau

L'optimisation des matériaux réalisée, d'autres plaques avec ces paramètres de mise en œuvre et ces constituants ont été élaborées. La carte matériau est déterminée sur des composites à quatre plis et des composites à huit plis dans lesquels le taux volumique de fibre est identique. Les propriétés mécaniques de ces deux types de composites sont mesurées en traction, en compression IITRI et en flexion courte. Ces données seront utilisées par la suite pour modéliser numériquement le comportement du composite.

### II.1 En traction

Dans un premier temps, les éprouvettes longitudinales  $[0]_4$  et  $[0]_8$ , les éprouvettes transverses  $[90]_4$  et  $[90]_8$ , ainsi que les éprouvettes de cisaillement  $[-45/45]_s$  et  $[-45/45]_{2s}$  sont caractérisées en traction. Les courbes contraintes-déformation sont tracées sur la figure 3-15 pour une éprouvette-type de ces six lots d'éprouvettes.

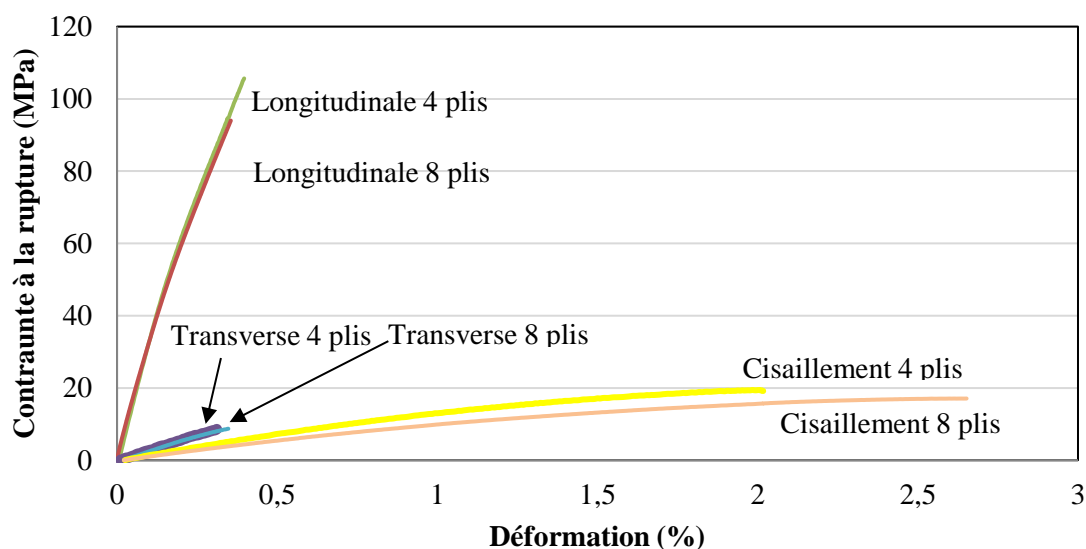


Figure 3-15 : Courbes contraintes déformations en traction pour les éprouvettes à quatre et huit plis dans les directions longitudinale, transverse et de cisaillement.

En terme de module longitudinal, transverse ou de cisaillement, les composites à quatre ou huit plis ont la même allure à faible déformation. Cependant, la contrainte à la rupture en traction du composite à quatre plis est supérieure de 20 MPa à celle du composite à huit plis. Ce phénomène a également été

observé par Ahmed et al. [Ahmed et al., 2013] qui comparent trois épaisseurs de composites : 2, 3 et 4 mm. Ils obtiennent des contraintes à la rupture moins importantes pour le composite de 4 mm qu'ils expliquent par un manque d'imprégnation des plis centraux par la résine.

En regardant l'éprouvette longitudinale à quatre plis, elle a le même module que celui du composite optimisé (configuration 10) dans le chapitre précédent. Cependant, une contrainte plus faible est obtenue. Ceci peut s'expliquer uniquement par la nature des constituants initiaux (variabilité de la fibre de lin par exemple) étant donné que les composites ont été étuvés dans les mêmes conditions que celles décrites précédemment et ont été fabriqués en conservant les mêmes paramètres de mise en œuvre.

Les graphes dans la figure 3-16 permettent de comparer les valeurs obtenues à partir des essais de traction sur les différents composites.

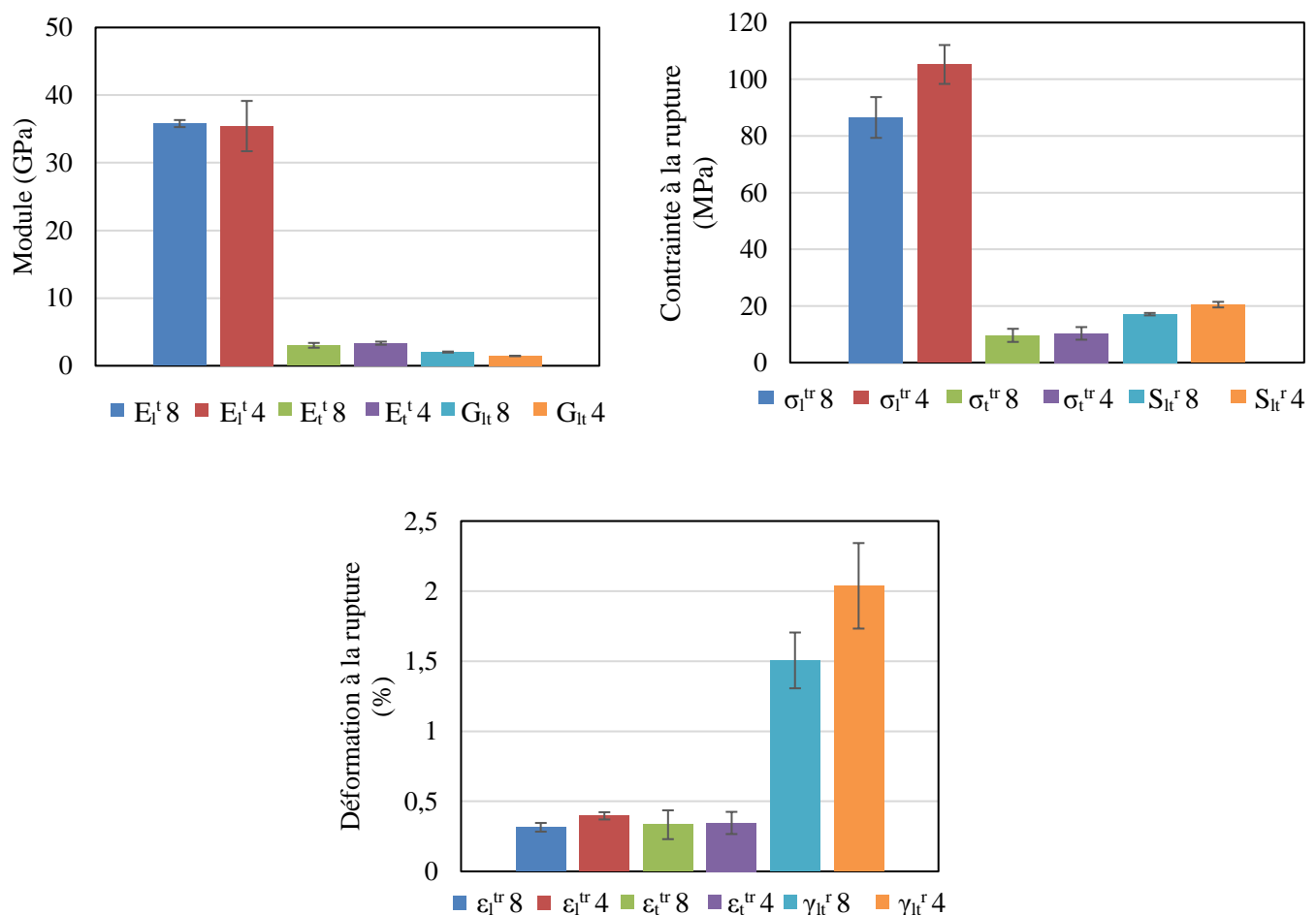


Figure 3-16 : Modules, contraintes et déformations à la rupture déterminés en traction sur les composites à quatre et huit plis dans les directions longitudinale, transverse et de cisaillement.

Enfin, le coefficient de Poisson a également été déterminé pour les composites  $[0]_4$  et  $[0]_8$ . Il est de  $0,40 \pm 0,06$  ( $\nu_{lt}$ ) dans les deux cas.

## II.2 En flexion courte

Grâce à l'équation 2-6 de la partie 2, nous pouvons calculer la contrainte à rupture en cisaillement des composite à partir des essais réalisés en flexion courte. Les résultats sont présentés dans le tableau 3-4.

	Longitudinal 4 plis	Longitudinal 8 plis
Contrainte à la rupture $\tau_{lt}$ (MPa)	$14,2 \pm 3,4$	$6,50 \pm 1,7$

**Tableau 3-4 : Contrainte à rupture des composites à quatre et huit plis déterminée en flexion courte.**

Nous remarquons une différence entre la contrainte à rupture en cisaillement du composite à quatre plis et du composite à huit plis. Elle est de  $14,2 \pm 3.4$  MPa pour le composite à quatre plis et  $6,50 \pm 1.7$  MPa pour le composite à huit plis. Ceci peut être expliqué par le fait que le composite à quatre plis est plus souple en flexion que le composite à huit plis.

## II.3 En compression

Les essais en compression IITRI ont été réalisés à 1 mm/minute sur les deux types de composites  $[0]_4$  et  $[0]_8$ . Les résultats sont résumés dans le tableau 3-5.

	Longitudinal 4 plis	Longitudinal 8 plis
Contrainte à la rupture $\sigma_l^{ct}$ (MPa)	$85,7 \pm 4,3$	$104,76 \pm 2,10$
Module $E_l^c$ (GPa)	$21 \pm 1,2$	$38 \pm 10$

**Tableau 3-5 : Caractéristiques mécaniques des composites à quatre plis et huit plis en compression.**



Contrairement aux résultats en flexion et traction, les caractéristiques mécaniques pour le composite à huit plis sont meilleures en compression que celles pour le composite à quatre plis. L'explication est probablement due au fait que le composite à huit plis est moins affecté par le flambement du fait de son épaisseur plus importante.

#### II.4 Résumé des caractéristiques mécaniques du composite

Le tableau 3-6 résume les caractéristiques mécaniques du composite lin/PA11 à huit plis dans les directions longitudinale, transverse et en cisaillement déterminées par traction, compression et flexion.

	Traction			Compression			Flexion
	E (GPa)	$\sigma^r$ (MPa)	$\varepsilon^r$ (%)	E (GPa)	$\sigma^r$ (MPa)	$\varepsilon^r$ (%)	$\tau_{lt}$ (MPa)
<b>Longitudinale (L)</b>	35±1,2	86,5±7,2	0,31±0,03	38±10	104,76±2,10	0,82±0,08	6,50 ± 1,7
<b>Transverse (T)</b>	3±0,35	9,6±2,3	0,33±0,10	4,5±1,47	39,6 ± 0,53	1,0±0,19	
<b>Cisaillement (LT)</b>	2,02±0,07	17,1±0,43	1,50±0,25				

Tableau 3-6 : Carte matériau du composite lin/Polyamide 11.

Les valeurs du tableau 3-6 seront utilisées par la suite pour les modélisations. Pour rappel, le coefficient de Poisson  $\nu_{lt}$  a été mesuré égal à 0,40±0,06.

### **Chapitre III : Etude de l'endommagement des composites par émission acoustique**

Les propriétés mécaniques des composites évaluées, il est nécessaire d'étudier comment le composite s'endommage pendant un essai quasi-statique. Pour cela le suivi des endommagements a eu lieu sur des éprouvettes longitudinales, transverses et de type cisaillement sur les composites à quatre plis et huit plis grâce à l'émission acoustique pendant des essais de traction.

Dans un premier temps, la méthodologie de traitement des données d'émission acoustique sera détaillée avant d'expliquer et analyser les résultats.

Comme décrit dans la partie précédente, le logiciel de traitement Noesis a été utilisé afin de classer les signaux enregistrés lors des essais mécaniques. Ce logiciel offre la possibilité de tracer le nombre d'évènements (hits) en fonction de la charge appliquée ; chaque évènement est repérable par un point. L'acquisition finale nous donnera alors pour chaque éprouvette analysée un nuage de points de plusieurs centaines d'évènements. Ces évènements sont visualisables grâce à plusieurs indicateurs comme détaillé dans la partie 2. Tout réside dans la compréhension de ces phénomènes : comment s'endommagent les éprouvettes de lin/Polyamide 11 ? Quels évènements proviennent du Polyamide 11, des fibres de lin ou encore de l'interface fibre/matrice ? Les évènements représentatifs de chaque type d'endommagement seront représentés en gamme d'amplitude (dB).

Tout d'abord, des essais ont été réalisés sur les constituants seuls. Les graphes ci-dessous représentent les diagrammes de l'amplitude et de l'énergie en fonction du temps pour deux éprouvettes de Polyamide 11 (figure 3-17).

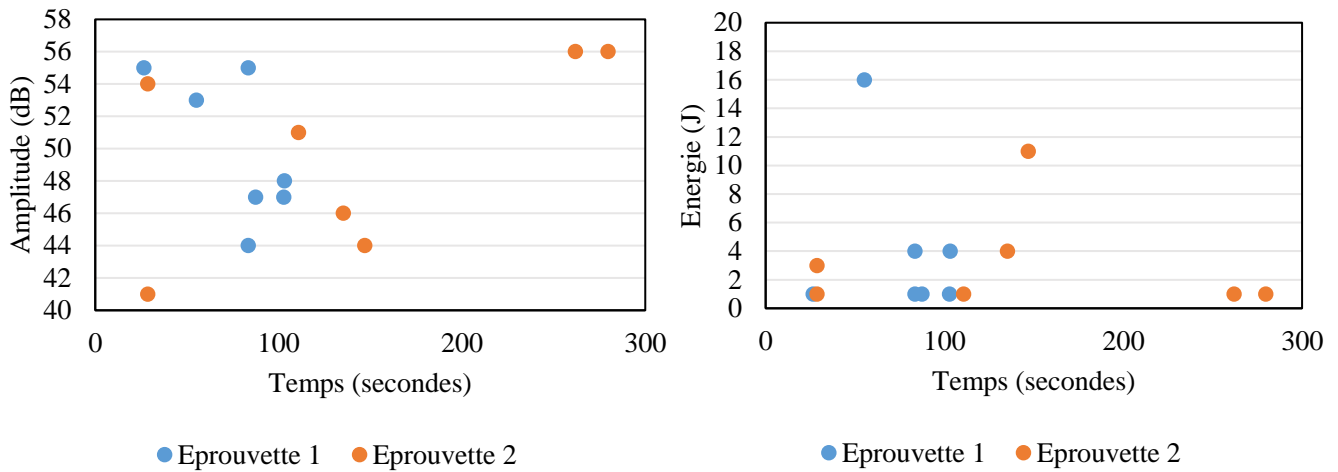


Figure 3-17 : Amplitude et énergie en fonction du temps pour deux éprouvettes de Polyamide 11.

On constate que les évènements provenant de la matrice sont très peu nombreux et interviennent à des faibles amplitudes pouvant aller de 41 à 58 dB et à de faibles énergies allant jusqu'à 16 joules.

De même des essais ont également été réalisés sur des mèches de fibres (figure 3-18). Pour cela, les mèches ont été collées entre deux talons de verre/polyester sur lesquels ont été placés les capteurs d'émission acoustique.

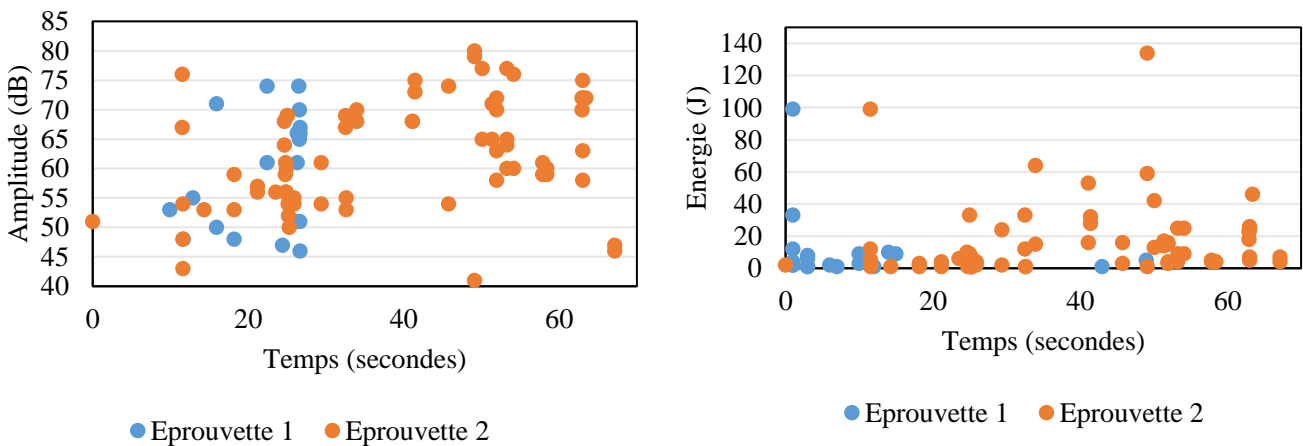


Figure 3-18 : Amplitude et énergie en fonction du temps pour deux mèches de lin B.

Les résultats concernant les fibres seules nous montrent que les évènements provenant des fibres sont plus nombreux. Ils ont une gamme d'amplitude plus importante allant environ de 50 à 80 dB et une gamme énergétique allant jusqu'à 150 joules environ. Cependant, on peut noter que la position des capteurs d'émission acoustique durant ces essais (sur les talons de verre/polyester) a pu atténuer les

amplitudes enregistrées. En effet, dans la littérature, les évènements liés aux ruptures de fibres végétales présentent des amplitudes plus élevées [Elouaer et al., 2009].

Afin de pouvoir identifier les endommagements dans les composites, une classification a été réalisée avec la méthode des k-moyennes. La méthodologie décrite ci-dessous a été appliquée à une éprouvette lin/Polyamide 11 de quatre plis.

Dans un premier temps, il faut supprimer les évènements qui arrivent après la chute de charge et qui ne sont pas liés à la rupture du matériau mais plutôt à sa relaxation, pour ne prendre en compte que les évènements liés à l'essai (figure 3-19).

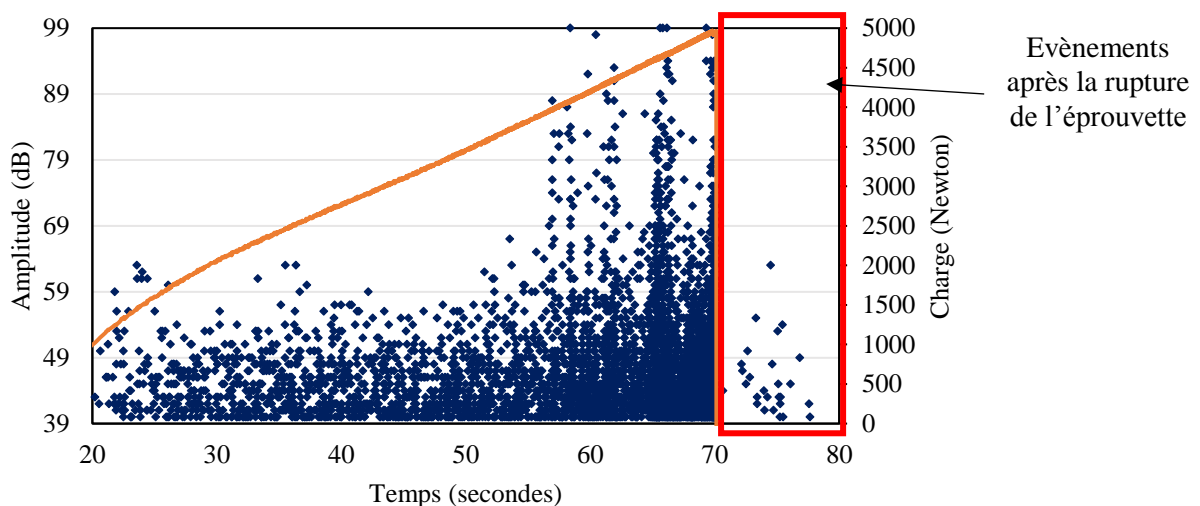


Figure 3-19 : Amplitude en fonction du temps lors d'un essai de traction d'une éprouvette lin/Polyamide 11 [0]<sub>4</sub>.

Ensuite, les acquisitions sont souvent exposées à des bruits. Il faut alors pouvoir éliminer les évènements qui ne sont pas liés au matériau composite mais à l'environnement extérieur : mors, bruits environnants ... [Bonnafous et al., 2009]. Pour cela, les courbes coups-amplitude peuvent être tracées afin d'éliminer les bruits mécaniques ainsi que les bruits électromagnétiques. La figure 3-20(a) présente les données brutes, la figure 3-20 (b) les données nettoyées.

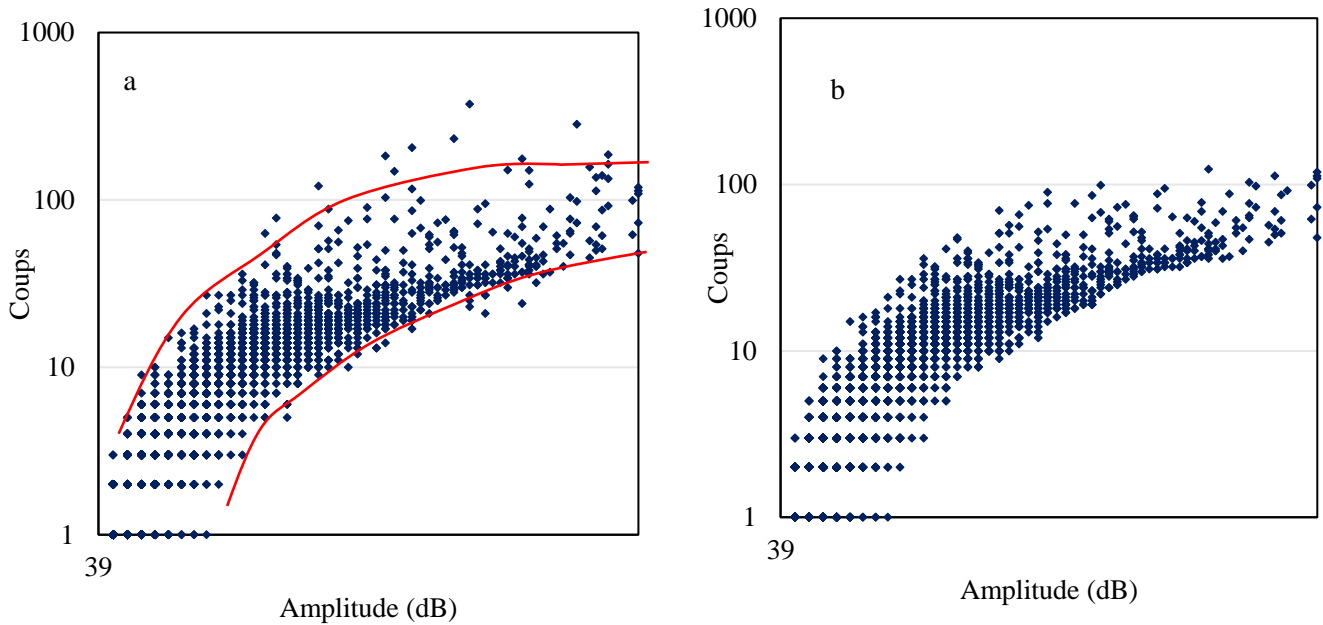


Figure 3-20 : Diagramme coups-amplitude avec (a) et sans bruits (b) pour une éprouvette lin/PA11 [0]<sub>4</sub>.

Le nombre de classes peut être identifié avec la courbe de Pollock en traçant le nombre d'événements cumulés en fonction de l'amplitude. Chaque changement de pente est témoin d'un type d'évènement acoustique [Hassar, 2013]. La figure 3-21 représente la courbe de Pollock de l'éprouvette lin/PA11 [0]<sub>4</sub>.

Nous identifions sur cette figure, quatre classes distinctes.

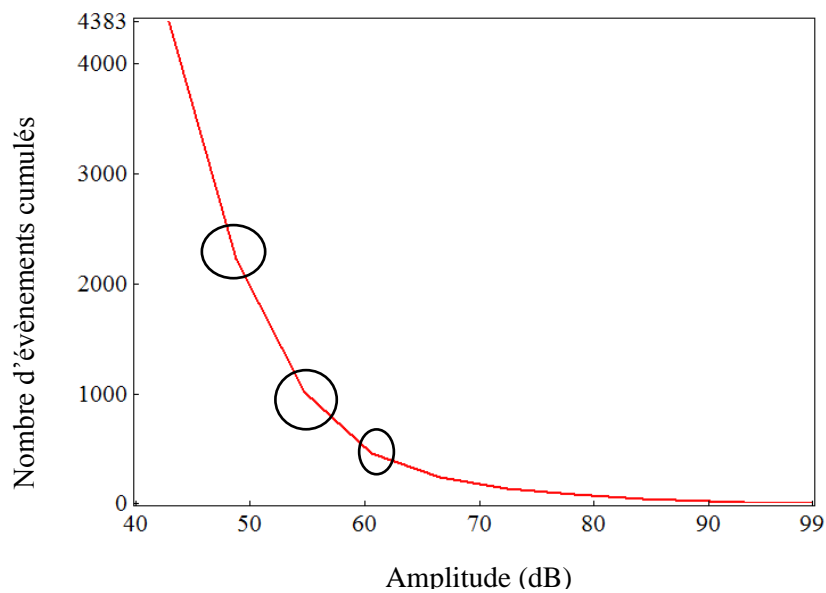
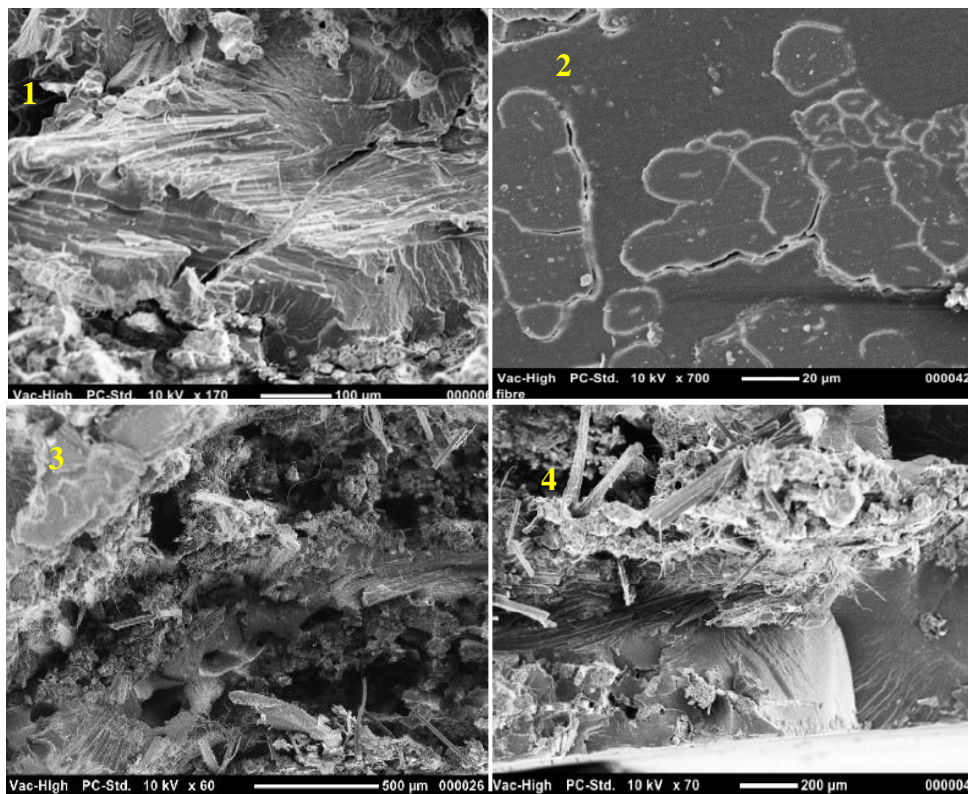


Figure 3-21 : Courbes de Pollock pour un essai de traction sur une éprouvette lin/Polyamide 11 [0]<sub>4</sub>.

Dans la littérature, certains auteurs ont pu effectivement trouver quatre types d'évènements acoustiques dans les composites [Acha et al., 2006; Anuar et al., 2007; Szabo et al., 2004]. Ces quatre types d'évènements correspondent à quatre types d'endommagements : la fissuration matricielle, la rupture d'interface fibre/matrice, le déchaussement fibre/matrice et la rupture des fibres. La présence de ces quatre types d'endommagements a bien été décelée sur les faciès de rupture des éprouvettes lin/PA11 [0]4, comme on peut le voir sur la figure 3-22.



**Figure 3-22 : Faciès de rupture sur un échantillon lin/Polyamide 11 [0]4. 1) Fissuration matricielle, 2) Décohésion fibre/matrice, 3) Déchaussement, 4) Rupture des fibres.**

Maintenant, il faut choisir quels sont les paramètres les plus pertinents afin de classer les évènements. Cette étape peut être réalisée à l'aide du dendrogramme (figure 3-23). Les descripteurs doivent être peu corrélés et en nombre suffisant pour ne pas perdre d'information sur les signaux mais pas trop nombreux pour ne pas alourdir les calculs ou fausser l'importance relative de chaque paramètre [Moevus et al., 2009].

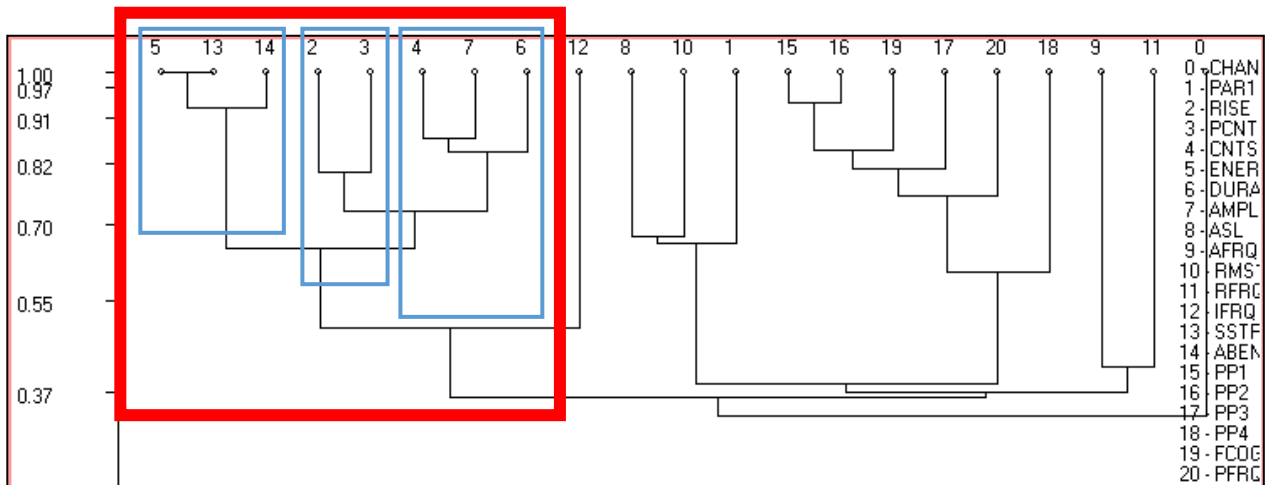
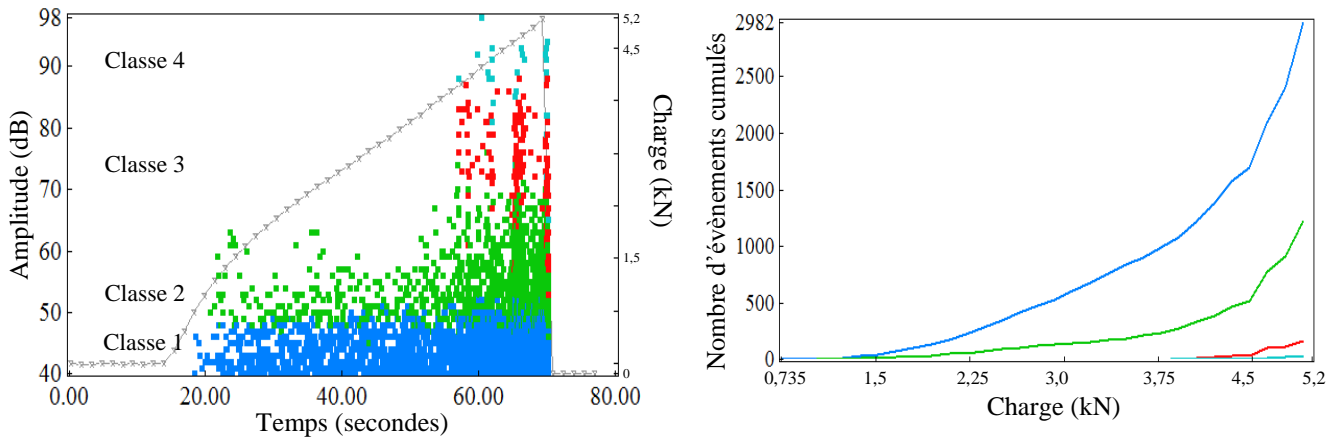


Figure 3-23 : Dendrogramme du composite lin/Polyamide 11.

Le contenu fréquentiel des données acoustiques étant trop dépendant des capteurs piézoélectriques [Huguet, 2002], nous nous sommes concentrés sur les descripteurs temporels, encadrés en rouge sur la figure 3-23. Il a été décidé de prendre un indicateur dans chacune des trois zones bleues qui sont les zones les moins corrélées (figure 3-23). Pour choisir au mieux ces trois paramètres, différentes combinaisons ont été testées. La méthode de classification utilisée est celle des k-moyennes, qui est la plus robuste et la plus répandue. L'objectif est donc de déterminer la combinaison de paramètres qui donnera un index de validité minimum. L'index utilisé est l'index de Davies et Bouldin (noté DB), calculé par le rapport de la somme de la dispersion intra-classes et inter-classes [Hassar, 2013]. Finalement, les résultats montrent que la valeur minimum de DB est obtenue en prenant comme descripteurs : l'amplitude, l'énergie et la durée des salves. Ce sont donc ces trois indicateurs qui seront utilisés dans la suite.

La figure 3-24 présente le diagramme amplitude-temps d'une éprouvette lin/Polyamide 11  $[0]_4$  traitée selon ces critères.

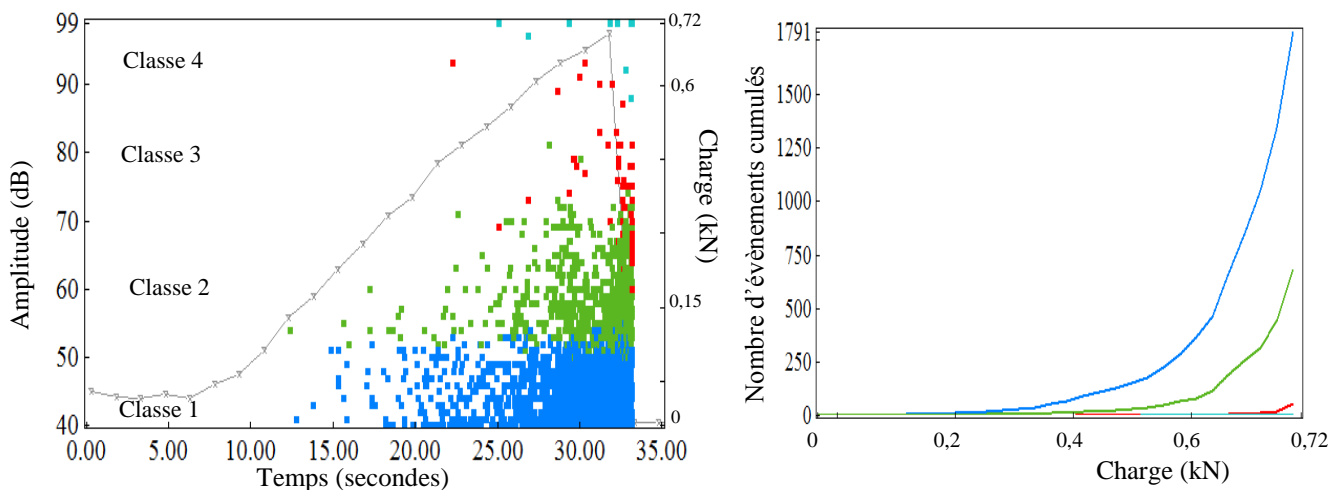


**Figure 3-24 : Amplitude en fonction du temps et nombre d'évènements cumulés en fonction du niveau de charge pour un essai de traction sur une éprouvette lin/PA11 [0]<sub>4</sub>.**

Quatre classes sont distinguables. Deux classes sont prépondérantes dès le début de l'essai : ce sont celles avec les amplitudes les plus faibles. La classe de plus faibles amplitudes (de 40 à 53 dB) correspond à la classe des évènements enregistrés pour la matrice seule (entre 40 et 56 dB) (figure 3-17). Cependant, dans le cas de la résine seule, les évènements étaient peu nombreux alors qu'ils sont ici prépondérants, comme on peut le voir sur la figure 3-24.

Une deuxième classe apparaît aux amplitudes de 50 à 75 dB. Enfin, deux dernières classes apparaissent seulement en fin d'essai et ne sont représentées que par une centaine d'évènements.

Ces tests ont également été réalisés sur des éprouvettes de type [90]<sub>4</sub>. Une courbe de Pollock a été tracée afin d'identifier le nombre de classes d'évènements qui apparaît dans ce type d'éprouvette. Il en ressort qu'également, quatre classes sont présentes dans ce type de composite. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 3-25.

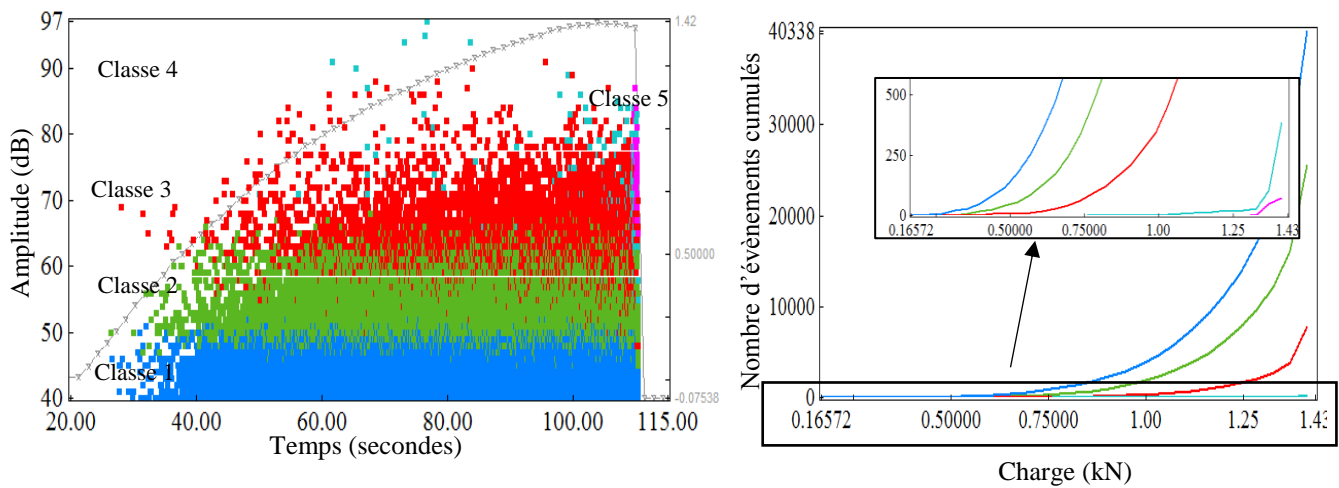


**Figure 3-25 : Amplitude en fonction du temps et nombre d'évènements cumulés en fonction du niveau de charge pour un essai de traction sur une éprouvette lin/PA11 [90]<sub>4</sub>.**



Nous constatons que pour le composite  $[90]_4$ , les plages d'amplitudes sont identiques à celles du composite  $[0]_4$  mais avec un nombre d'évènements moins élevé. Concernant l'évolution du nombre d'évènements en fonction de la charge, deux classes se manifestent dès le début de l'essai et possèdent un nombre d'évènements important comme pour les éprouvettes longitudinales. Deux classes se manifestent également en fin d'essai avec peu d'évènements.

La figure 3-26 représente les évènements pour les éprouvettes de cisaillement. D'après la courbe de Pollock, il nous est possible de déterminer cinq classes.

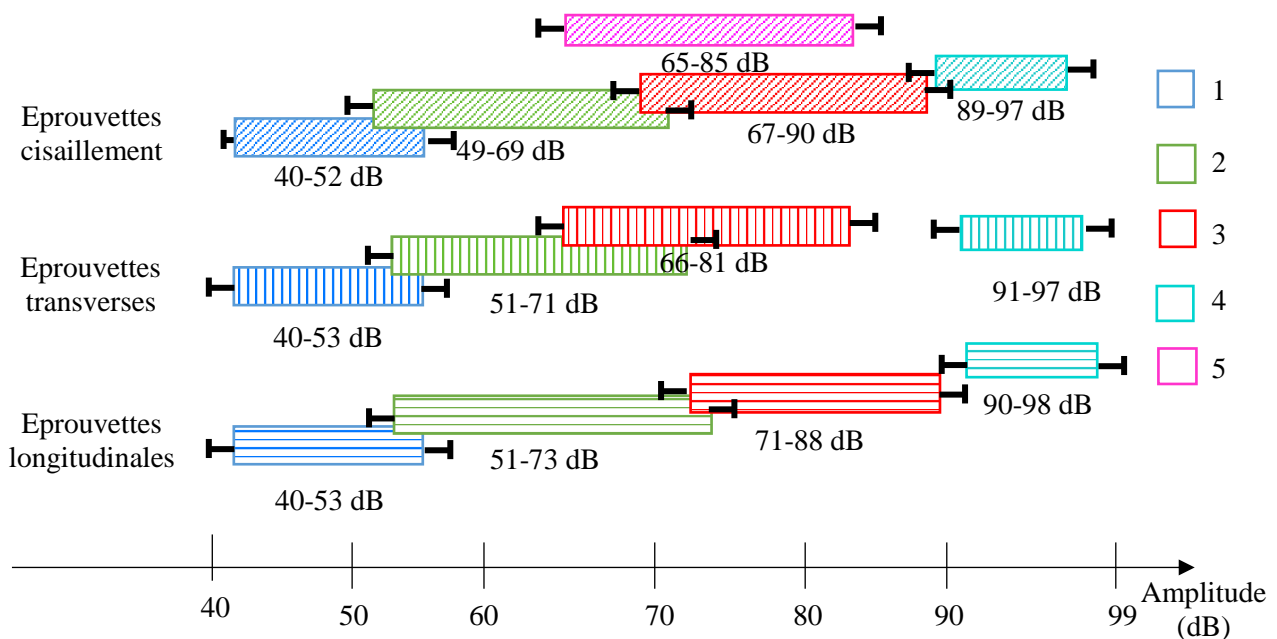


**Figure 3-26 : Amplitude en fonction du temps et nombre d'évènements en fonction du niveau de charge lors d'un essai de traction d'une éprouvette lin/Polyamide 11  $[\pm 45]_s$ .**

Quatre gammes d'amplitude sont semblables à celles des deux types de composites précédents. Cependant, une cinquième classe apparaît à la fin de l'essai et se propage entre 65 et 85 dB. Concernant le nombre ainsi que l'évolution des évènements, il est à noter que les trois classes qui apparaissent dès le début de l'essai ont des nombres d'évènements beaucoup plus importants (40000, 25000 et 10000) que pour les composites  $[0]_4$  et  $[90]_4$ . Puis, les deux autres classes n'apparaissent qu'en fin d'essai et ne sont représentées que par 300 et 100 évènements environ.

La figure 3-27 résume les analyses d'émission acoustiques qui ont été réalisées sur les composites lin/PA11  $[0]$ ,  $[90]$  et  $[\pm 45]$  à quatre et huit plis. Pour chaque type d'éprouvette, les gammes d'amplitudes

ont été moyennées sur 10 éprouvettes. Cette figure résume les plages d'amplitude pour chaque type d'éprouvette.



**Figure 3-27 : Classes d'amplitudes des événements acoustiques enregistrés en traction pour chaque type d'éprouvette lin/PA11.**

On peut voir sur la figure 3-27 que la classe 1 a une plage d'amplitude semblable pour les trois types d'éprouvettes. Elle s'étend sur des basses amplitudes. En confrontant ces résultats avec les gammes d'amplitude obtenues pour la résine seule, cette classe correspondrait à la fissuration matricielle.

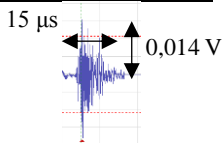
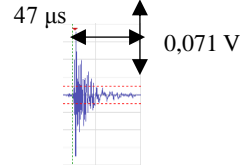
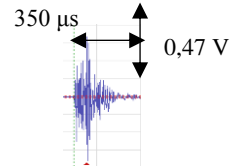
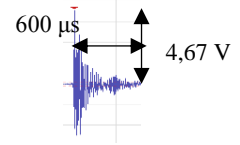
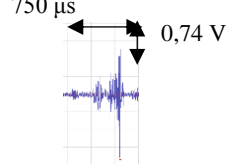
La classe 2 correspond pour chacune des éprouvettes à des plages d'amplitudes allant de 50 à 70 dB environ et pourrait provenir de la décohésion fibre/matrice.

En ce qui concerne les classes 3 et 4, elles se manifestent, d'une manière générale, par beaucoup moins d'événements que les autres classes. La classe 3, apparaissant entre 68 et 90 dB correspondrait au frottement des fibres avec la matrice lors du déchaussement.

La classe 4 qui intervient en fin d'essai et à haute amplitude (> 90dB) pourrait provenir de la rupture de fibres.

La classe 5, identifiable uniquement sur le composite de type cisaillement, intervient en fin d'essai et à amplitudes moyennes. Elle pourrait provenir du délaminage du composite.

Le tableau 3-7 présente une analyse réalisée sur chacune des familles de composites pour identifier les formes d'ondes acoustiques de chaque classe. Chaque type d'onde peut être définie par l'amplitude de son signal (Volts), la durée de son signal (secondes) ainsi que le type de son signal (impulsionnel ou résonnant) [Hamdi et al., 2009]. Ces résultats ont été moyennés sur 30 évènements de chaque classe.

Classe	Amplitude (Volts)	Durée de signal (secondes)	Type de signal	Forme d'onde
1	0-0,05	0-150	Résonnant	
2	0,05-0,1	50-700	Impulsionnel	
3	0,1-1	250-1000	Résonnant	
4	1-10	500-1500	Impulsionnel	
5	0,5-1	500-1000	Résonnant	

**Tableau 3-7 : Caractéristiques des formes d'ondes acoustiques pour chaque classe identifiée dans les composites lin/PA11.**

### **Bilan de la partie 3**

Cette partie a permis dans un premier temps d'optimiser les paramètres de mise en œuvre par thermocompression du composite lin/Polyamide 11.

Cette optimisation s'est effectuée en deux étapes. Tout d'abord, les niveaux de température et de pression ont été optimisés sur un « premier set » de composites, élaborés à partir de lin A et de poudre de Polyamide 11. Ensuite, un « deuxième set » de composites a été étudié pour optimiser le choix des constituants. L'ensemble des composites fabriqués a été testé en traction, par DMA et par des mesures de taux de porosité. Finalement, il a été montré que la configuration optimale était obtenue avec le lin B et le Polyamide 11 sous forme de film, élaborée avec une température de 210°C et des paliers de pression de 25, 40 et 65 bars.

Dans un deuxième temps, la carte matériau de ce composite optimisé a été déterminée.

Pour cela, des essais de traction, de compression et de flexion ont été réalisés sur trois drapages différents : [0], [90] et [ $\pm 45$ ], et avec deux épaisseurs différentes : 4 ou 8 plis. L'ensemble des résultats obtenus a permis de calculer les modules, les contraintes à rupture et les déformations à rupture dans les différentes directions. Ces valeurs seront ensuite utilisées pour le modèle par éléments finis.

Enfin, dans un dernier chapitre, les endommagements créés en traction dans ce composite ont été étudiés en couplant observations par MEB et émission acoustique. Cette analyse a permis d'identifier quatre classes d'endommagement dans les composites [0] et [90], et cinq classes dans les composites [ $\pm 45$ ]. Chacune de ces classes a été associée à une forme d'onde acoustique et à un type d'endommagement observé. Ces identifications vont nous permettre dans la suite d'analyser les endommagements dans les composites impactés.



## Partie 4 : Comportement à l'impact et au post-impact du composite lin/Polyamide 11



## **Introduction de la partie 4**

Le comportement des composites à l'impact à faible énergie va être étudié dans cette partie. Cette étude vise à connaître l'influence de la séquence d'empilement du composite. Pour cela, quatre séquences d'empilement seront comparées.

Dans un premier temps, des composites « sains » seront caractérisés afin de connaître leurs propriétés initiales en traction et en compression ainsi que leurs mécanismes d'endommagement.

Puis des échantillons de composites des quatre séquences d'empilement seront impactés à faible énergie. Une étude des courbes d'impact et une analyse des endommagements externes et internes seront réalisées.

Ensuite, sur ce même lot de composites, une analyse post-impact sera effectuée grâce à des essais de traction et de compression pour connaître les propriétés résiduelles des composites. Ces résultats seront comparés à ceux obtenus avec les composites sains en pré-impact afin d'évaluer la perte de propriétés mécaniques.

Enfin, une analyse par éléments finis nous permettra de comparer les résultats expérimentaux et numériques.





## Chapitre I : Pré-impact

Ce premier chapitre va permettre de détailler les différentes configurations d'empilement qui ont été choisies, et de comparer leurs propriétés mécaniques initiales. Puis une section sur l'émission acoustique permettra de comprendre les mécanismes d'endommagement dans chacune de ces séquences d'empilement.

### I.1 Configurations choisies

Les composites étudiés dans cette partie ont été mis en oeuvre par thermocompression avec les paramètres optimisés déterminés dans la partie précédente (210°C-25, 40 puis 65 bars par paliers de pression).

Les tissus UD de lin ont été découpés selon l'orientation souhaitée (0°, 45°, -45° ou encore 90°) afin d'obtenir quatre séquences d'empilement constituées de huit plis de fibres de lin chacune :

- Un composite unidirectionnel  $[0^\circ]_8$
- Un composite alterné  $[0^\circ/90^\circ]_{2S}$
- Un composite « sandwich » composé de quatre plis semblables à coeur  $[0^\circ_2/90^\circ_2]_S$
- Un composite multidirectionnel avec une alternance des orientations de plis  $[45^\circ/0^\circ/-45^\circ/90^\circ]_S$

Ces quatre séquences d'empilement sont décrites dans la figure 4-1.

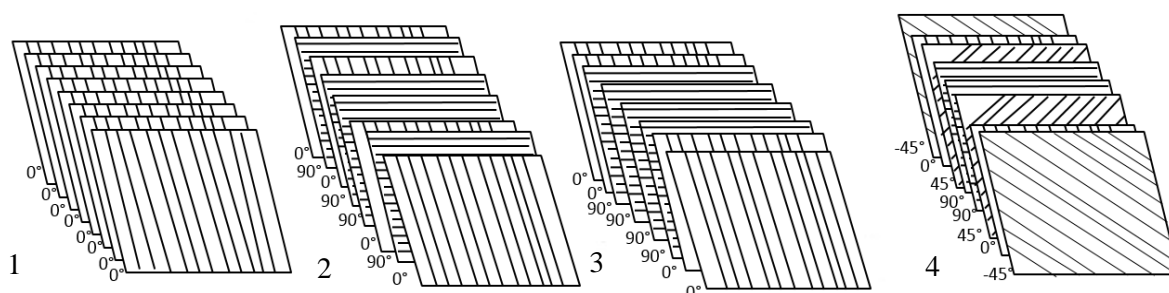


Figure 4-1 : Schéma des quatre séquences d'empilement utilisées : Unidirectionnelle (1), Alternée (2), Sandwich (3) et multidirectionnelle.

Les propriétés mécaniques initiales de ces quatre séquences d'empilement vont être dans un premier temps déterminées par traction et compression (Boeing) afin d'identifier les caractéristiques mécaniques des composites sains. En parallèle de ces essais, une analyse par stéréo corrélation d'images permettra de tracer les champs de déformations obtenus.

## I.2 Propriétés mécaniques en traction

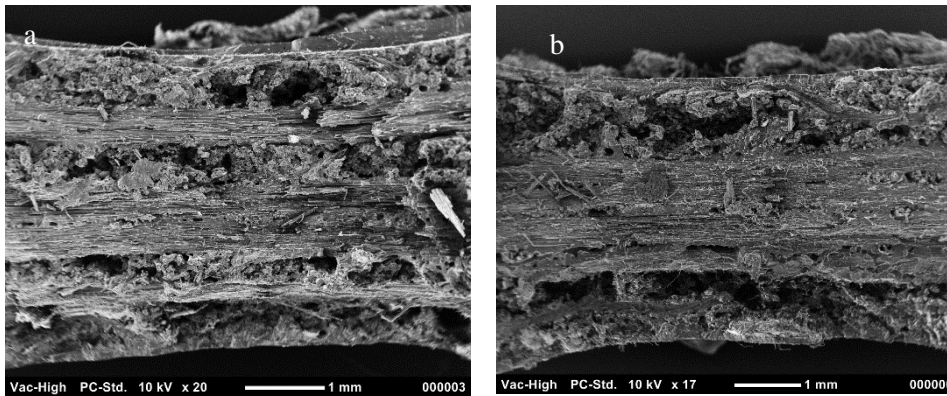
Les propriétés des composites en traction (module d'Young, contrainte et déformation à rupture) ont été déterminées pour chacune des configurations d'empilement en faisant la moyenne sur cinq essais et sont résumées dans le tableau 4-1.

	Module d'Young (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Déformation à la rupture (%)
Unidirectionnel	39,6 ± 4,2	86,5±4,2	0,44±0,11
Alterné	17,1±0,6	42,7±15,5	0,55±0,15
Sandwich	21±2,7	71,3±10	0,52±0,07
Multidirectionnel	12,6±0,5	30±3,2	0,34±0,11

**Tableau 4-1 : Propriétés mécaniques en traction avant impact des quatre types de séquences d'empilement.**

Le composite unidirectionnel présente logiquement le module de Young (40 GPa) ainsi que la contrainte à la rupture (86 MPa) les plus élevés des quatre types de composites. Les composites alterné et sandwich ont, comme attendu, des modules assez similaires (respectivement 17 GPa et 21 GPa). Cependant, une différence importante en ce qui concerne leurs contraintes à la rupture est à noter : en effet, celle du composite sandwich atteint 71 MPa, alors que celle de la configuration alternée est voisine de 43 MPa.

Une analyse des faciès de rupture a été réalisée sur ces composites alterné et sandwich mais n'a pas permis de déceler l'origine de cette différence (figure 4-2).



**Figure 4-2 : Faciès de rupture en traction avant impact observés par MEB des composites alterné (a) et sandwich (b).**

En ce qui concerne le composite multidirectionnel, il possède un module de Young et une contrainte à la rupture moins élevés que ceux des autres composites du fait de l'introduction des plis à  $\pm 45^\circ$  et du moins grand nombre de plis orientés à  $0^\circ$ .

Grâce à la carte matériau établie dans la partie 3, il est possible de calculer en première approximation, par des lois de mélanges simples, les modules pour chaque drapage.

Pour le composite unidirectionnel, le module calculé correspond à la valeur du module  $E_1$  (35GPa). Pour les composites alterné et sandwich, il correspond à la somme des moitiés des modules longitudinaux et transverses puisqu'ils sont constitués de 4 plis à  $0^\circ$  et de 4 plis à  $90^\circ$  soit 19 GPa. Pour le composite multidirectionnel, l'approximation du module correspond à la somme du quart du module transverse (2 plis à  $90^\circ$ ), au quart du module longitudinal (2 plis à  $0^\circ$ ) et à la moitié du module de cisaillement (4 plis à  $\pm 45^\circ$ ) dans la direction de traction.

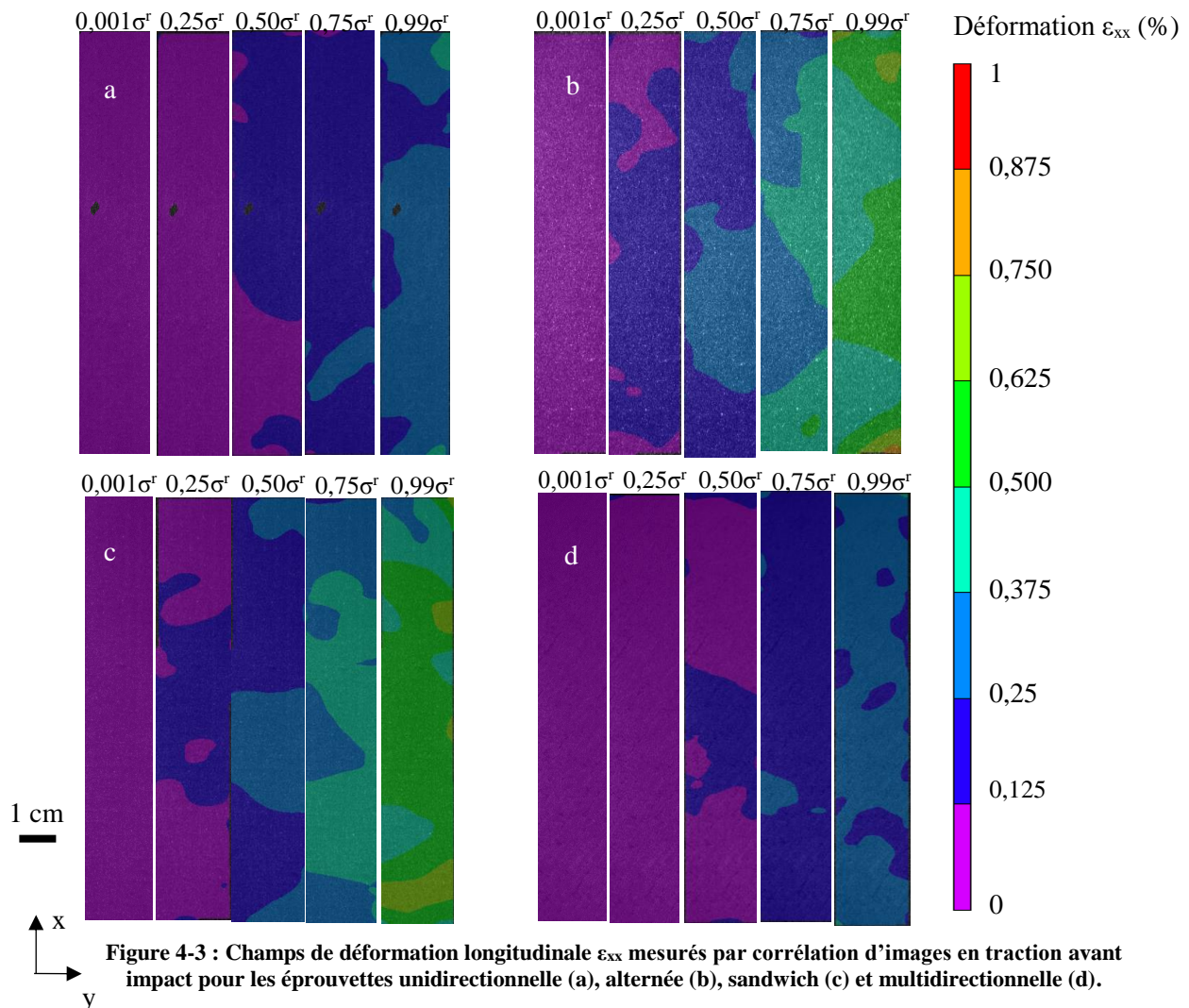
Le tableau 4-2 permet de comparer les modules en traction des composites mesurés avec ceux calculés analytiquement.

	Module d'Young (GPa) mesuré	Module (GPa) calculé
Unidirectionnel	$39,6 \pm 4,2$	35
Alterné	$17,1 \pm 0,6$	19
Sandwich	$21 \pm 2,7$	19
Multidirectionnel	$12,6 \pm 0,5$	12

**Tableau 4-2 : Comparaison des modules en traction mesurés et calculés analytiquement (en première approximation) des quatre types de séquence d'empilement.**

D'après le tableau 4-2, nous pouvons voir que les modules mesurés correspondent bien à ceux calculés de façon analytique (à la dispersion près).

Une analyse par corrélation d'images pendant les essais de traction a également été réalisée afin de suivre l'évolution des champs de déformation à différents niveaux de contraintes :  $0,001\sigma^f$ ,  $0,25\sigma^f$ ,  $0,50\sigma^f$ ,  $0,75\sigma^f$  et  $0,99\sigma^f$  pour chaque type de composite (figure 4-3).



**Figure 4-3 : Champs de déformation longitudinale  $\epsilon_{xx}$  mesurés par corrélation d'images en traction avant impact pour les éprouvettes unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**

Comme attendu, on constate sur la figure 4-3 que, pour tous les drapages, les champs de déformation longitudinale en surface sont globalement homogènes (à la dispersion près).

### I.3 Propriétés mécaniques en compression

Les propriétés mécaniques des composites mesurées en compression Boeing (module, contrainte et déformation à rupture) sont présentées (en valeurs absolues) dans le tableau 4-3.

	Module (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Déformation à la rupture (%)
Unidirectionnel	35 ± 0,2	74±4,2	0,30±0,12
Alterné	18,9±4	44,5±1,5	0,22±0,02
Sandwich	24 ±11,4	63±2,8	0,25±0,02
Multidirectionnel	14,5±2,3	40,2±1,0	0,33±0,07

**Tableau 4-3 : Propriétés mécaniques en compression avant impact (en valeurs absolues) des quatre types de séquences d'empilement.**

La même tendance que pour les composites en traction peut être observée : un module et une contrainte à la rupture les plus élevés pour le composite unidirectionnel, et les plus faibles pour la configuration multidirectionnelle.

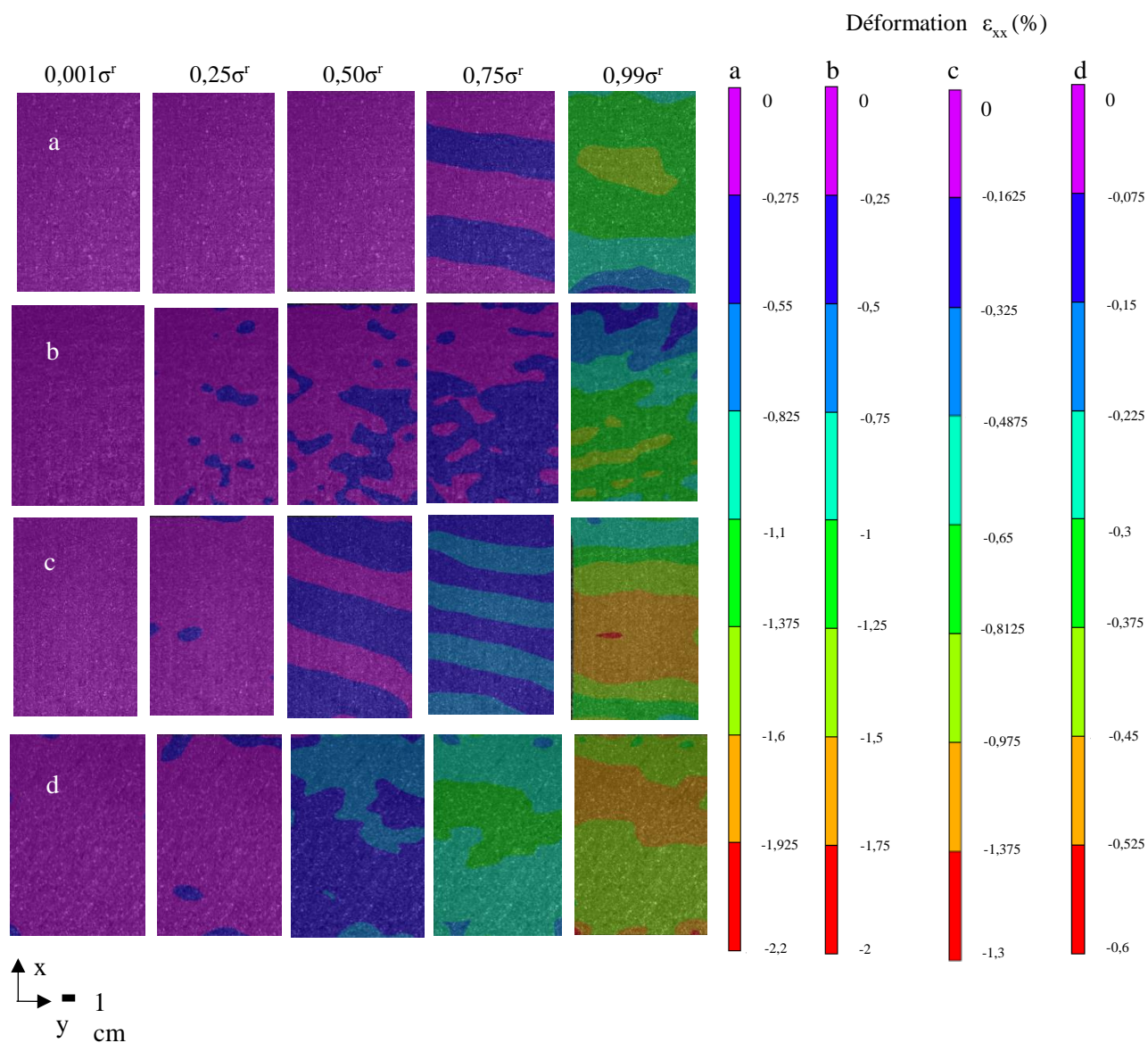
De même que pour les calculs analytiques en traction, les calculs peuvent être également réalisés pour les éprouvettes en compression de la même manière. Le tableau 4-4 permet de comparer les modules en compression des composites mesurés avec ceux calculés analytiquement.

	Module (GPa) mesuré	Module (GPa) calculé
Unidirectionnel	39,6 ± 4,2	38
Alterné	17,1±0,6	21,2
Sandwich	21±2,7	21,2
Multidirectionnel	12,6±0,5	13,4

**Tableau 4-4 : Comparaison des modules en compression mesurés et calculés analytiquement (en première approximation) de quatre types de séquence d'empilement.**

D'après le tableau 4-4, nous pouvons voir que les modules mesurés correspondent bien à ceux calculés de façon analytique (à la dispersion près).

Une analyse par corrélation d'images (figure 4-4) a également été réalisée pour suivre l'évolution des champs de déformation lors des tests de compression à différents taux de contraintes : 0,1%, 25%, 50 %, 75% et 99% de la contrainte à la rupture pour chaque type de composite.



**Figure 4-4 : Champs de déformation longitudinale  $\epsilon_{xx}$  mesurés par corrélation d'images en compression avant impact pour les éprouvettes unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**

On constate sur la figure 4-4 que pour toutes les configurations, les champs mesurés par corrélation d'images sont globalement homogènes jusqu'à environ 75% de la contrainte à la rupture de chaque drapage. A 99% de la contrainte à la rupture, on voit apparaître des zones perpendiculaires à l'axe de compression avec de plus fortes déformations : ces zones témoignent du flambement qui va mener à la rupture.

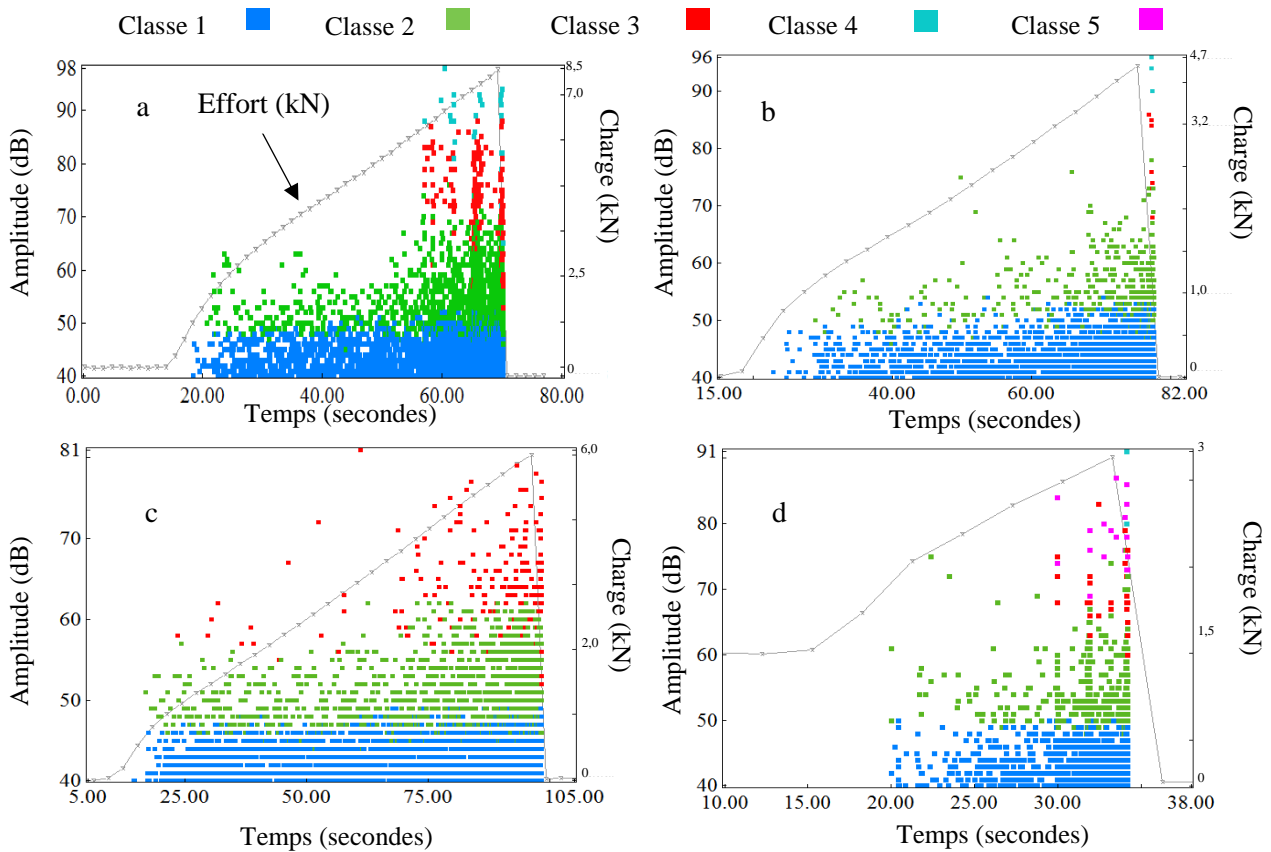
#### I.4 Caractérisation des endommagements

Pendant ces essais de traction et de compression, des mesures par émission acoustique ont été également réalisées. La classification des évènements a été effectuée de la même façon que celle développée dans la partie 3.

##### *I.4.1 En traction*

Dans un premier temps, les éprouvettes de chacune des configurations sont testées en traction et les graphes Amplitude-temps peuvent ainsi être tracés pour analyser le scénario d'endommagement des composites.





**Figure 4-5 : Amplitude des évènements acoustiques en fonction du temps et courbe de traction enregistrées avant impact sur les séquences d'empilement : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**

Les classifications sont faites pour chacun des composites. Pour chacun d'entre eux, une pente de Pollock a été tracée afin de s'assurer du nombre de classes. Quatre gammes d'amplitudes sont identifiables dans les composites de type unidirectionnel et alterné. C'est le même nombre de classes que les composites unidirectionnels et transverses détaillés dans la partie 3. En ce qui concerne le composite sandwich, il ne contient pas d'évènements apparaissant à haute amplitude ; il présente seulement trois classes. Enfin, pour le composite multidirectionnel, nous observons une 5ème classe. Les gammes d'amplitude pour ce drapage correspondent alors aux cinq classes identifiées dans la partie 3 pour l'éprouvette de cisaillement, ce qui s'explique par la présence de plis à  $\pm 45^\circ$  dans ce drapage.

Les graphes représentant les évènements cumulés de chaque classe ont également été tracés et sont présentés dans la figure 4-6.

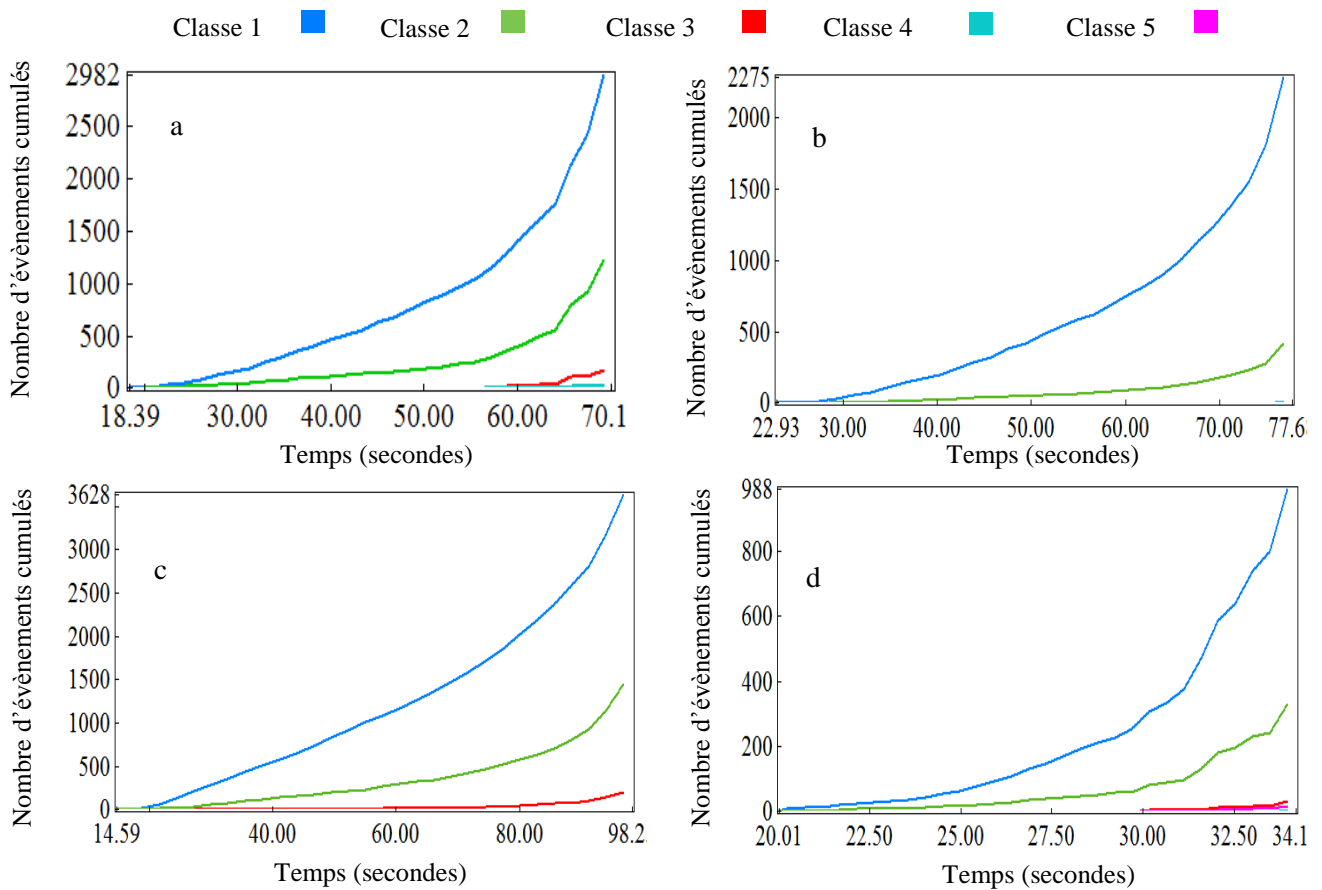


Figure 4-6 : Nombre d'événements acoustiques cumulés en fonction du temps en traction avant impact pour chaque type d'éprouvette : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).

Pour chacun des composites, nous pouvons observer que les endommagements correspondant à la classe 1 ainsi qu'à la classe 2 commencent à peu près simultanément. Cela tendrait donc à montrer que les fissurations matricielles et les décohésions fibres/matrice se développent simultanément pour toutes les configurations étudiées. Pour le composite alterné, les autres classes ne se manifestent qu'en toute fin d'essai. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que, dans ce type de drapage, les déchaussements et les ruptures de fibres conduisent très rapidement à la rupture. Dans le cas du composite sandwich, la 3<sup>ème</sup> classe apparaît plus tôt et de façon plus abondante que pour le composite alterné. En revanche, pas d'événements à hautes amplitudes ne sont détectés dans ce cas, la rupture finale est donc brutale et a lieu dès les premières ruptures de fibres. Enfin, pour le composite multidirectionnel, les classes 3 à 5 n'apparaissent qu'en fin d'essai, démontrant ainsi que ces endommagements conduisent rapidement à la rupture de l'échantillon.

### 1.4.2 En compression

De même que pour les composites en traction, la méthodologie de classification a été appliquée aux éprouvettes en compression (figure 4-7).

Les classes correspondant à chaque amplitude sont identiques pour chaque configuration à celles identifiées dans le cas des tractions.

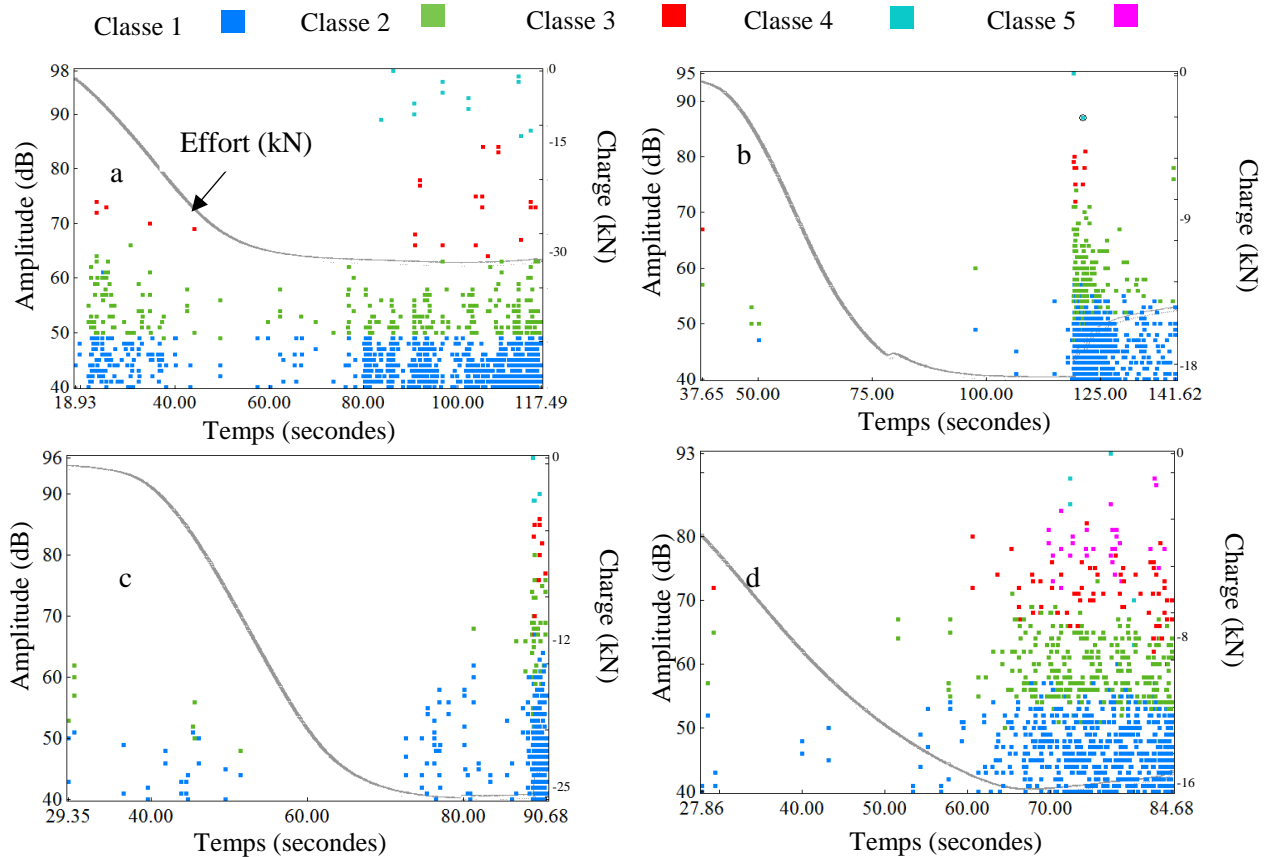
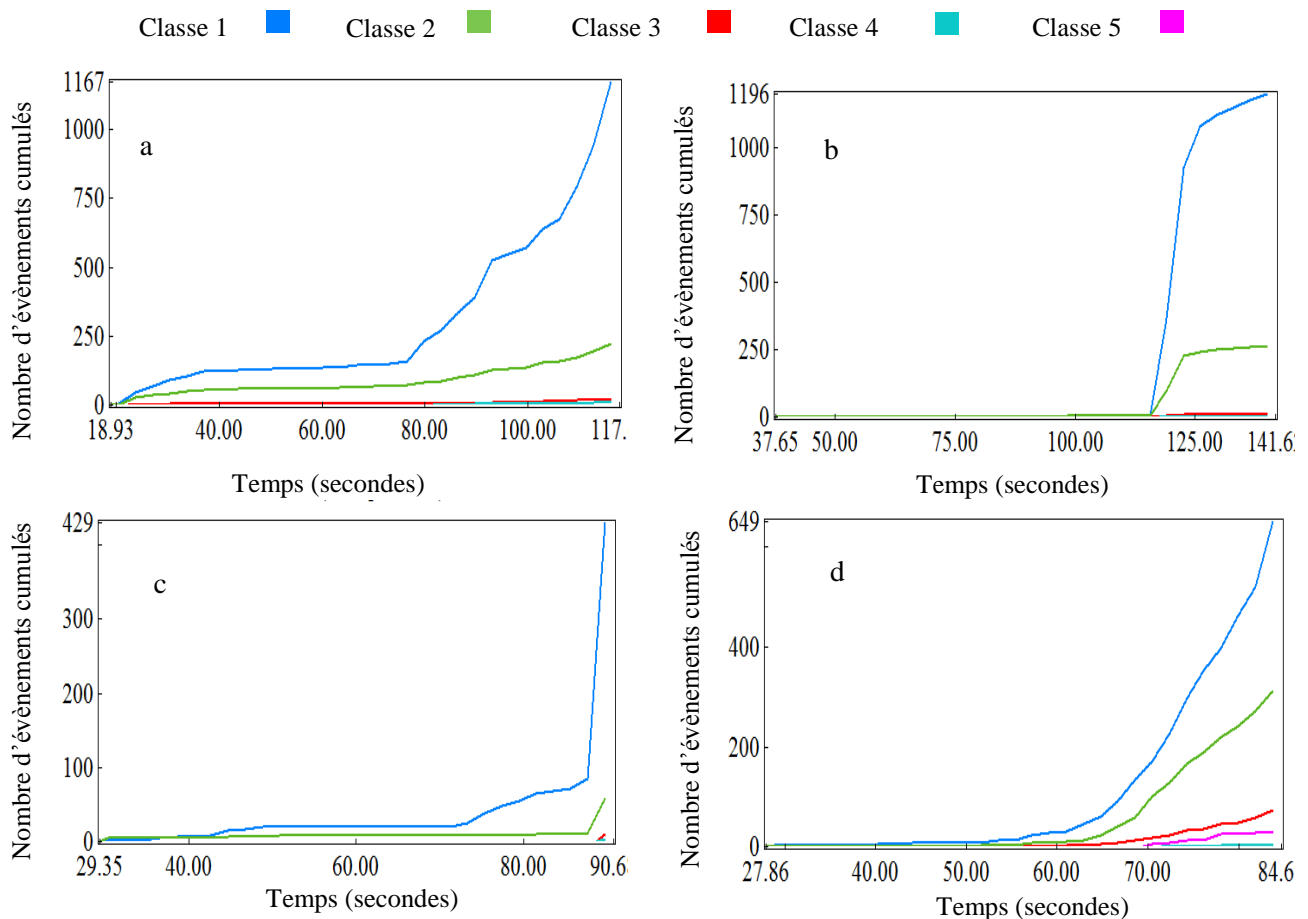


Figure 4-7 : Amplitude des évènements acoustiques et courbe de compression enregistrés avant impact sur les séquences d'empilement : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).

Les graphes représentant les évènements cumulés de chaque classe pour les différentes éprouvettes ont également été tracés et sont présentés dans la figure 4-8.



**Figure 4-8 : Nombre d'évènements acoustiques cumulés en fonction du temps en compression avant impact pour chaque type d'éprouvette : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**

D'après les figures 4-7 et 4-8, nous pouvons remarquer que pour le composite unidirectionnel, les trois classes se manifestent dès le début de l'essai. Ce n'est qu'en fin d'essai qu'apparaissent les évènements liés à la classe 4. Les autres composites n'ont pas le même comportement, avec seulement très peu d'évènements en début d'essai et essentiellement de classes 1 et 2. Cela s'explique par la présence exclusive de fibres dans la direction de compression 3 pour le composite unidirectionnel. Les évènements des classes 4 (et 5 pour le multidirectionnel) n'apparaissent qu'en toute fin d'essai, conduisant très rapidement à la rupture de l'éprouvette.

Ce chapitre nous a permis de connaître les propriétés des quatre types de composites sains en traction et compression avec la mesure des champs de déformation ainsi que l'enregistrement par émission acoustique.



## Chapitre II : Influence de la séquence d'empilement lors d'un impact faible énergie

Les propriétés des composites sains connues, ce chapitre s'intéresse à l'impact des composites. Une nouvelle série d'échantillons de composites a été impactée à 3,6 joules. L'objectif est de comprendre le comportement de chacune des séquences d'empilement face à l'impact.

Dans un premier temps, les courbes d'impact relatives à chaque séquence d'empilement seront analysées et comparées, et les propriétés à l'impact (force maximale, déplacement maximal de l'impacteur et énergie absorbée) seront évaluées. Dans un second temps, une analyse des défauts externes grâce à une analyse visuelle et à des mesures de topographie, sera réalisée sur chacun des échantillons. Enfin, une analyse par ultrasons (C-scan) et une analyse par micro-tomographie nous permettra d'identifier les endommagements internes de chacune des séquences d'empilement.

### II.1 Comportement des différentes séquences d'empilement

Les courbes forces d'impact-déplacement de l'impacteur ainsi que les courbes force d'impact-temps sont présentées pour chacun des composites dans la figure 4-9. Cinq échantillons ont été testés dans chaque configuration afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Seule une courbe par configuration est présentée ici.

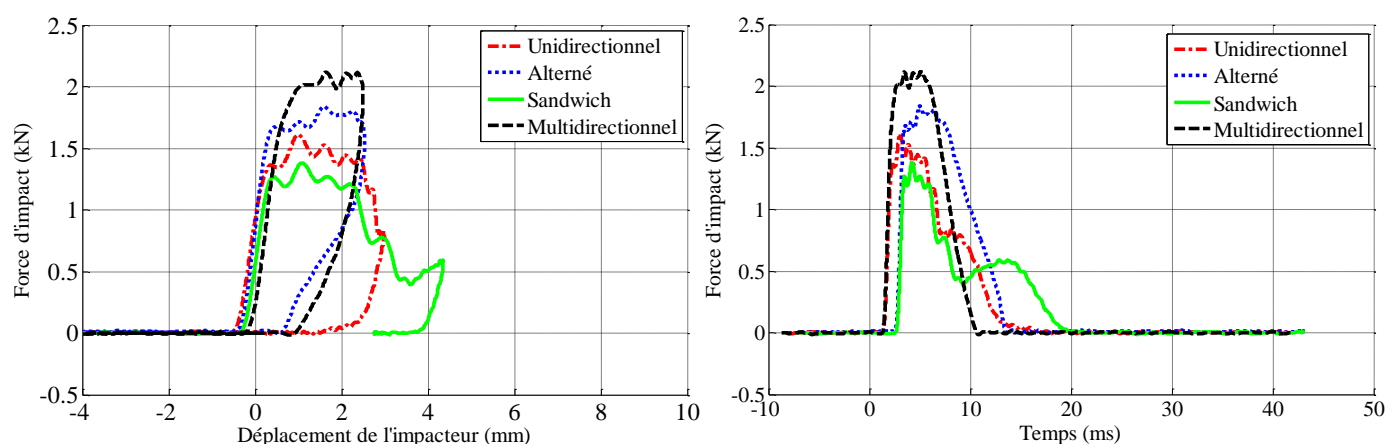


Figure 4-9 : Courbes force-déplacement et force-temps pour les différentes séquences d'empilement impactées à 3,6 J.

Sur la figure 4-9 l'allure des courbes peut être divisée en trois parties. Tout d'abord, on observe une partie élastique linéaire correspondant à la réponse élastique de l'échantillon. Puis, la courbe atteint une force maximum ( $F_{max}$ ) avant de décroître. On observe un comportement différent entre d'une part, les drapages alterné et multidirectionnel, qui reviennent à une force nulle assez rapidement, et en recouvrant une partie du déplacement provoqué par l'impact ; et d'autre part, les drapages UD et sandwich qui mettent plus longtemps à revenir à une force nulle et avec un déplacement qui continue à croître.

A partir de ces courbes, les grandeurs caractéristiques de l'impact ont été déterminées pour chaque configuration et sont résumées dans le tableau 4-5.

	Force maximale (kN)	Déplacement maximal (mm)	Eabs/Ei (%)
Unidirectionnel	$1,6 \pm 0,05$	$3,0 \pm 0,22$	$96,6 \pm 3,4$
Alterné	$1,85 \pm 0,07$	$2,50 \pm 0,16$	$76 \pm 2,0$
Sandwich	$1,34 \pm 0,06$	$3,7 \pm 0,37$	$99 \pm 1,0$
Multidirectionnel	$2,10 \pm 0,12$	$2,60 \pm 0,12$	$79 \pm 3,0$

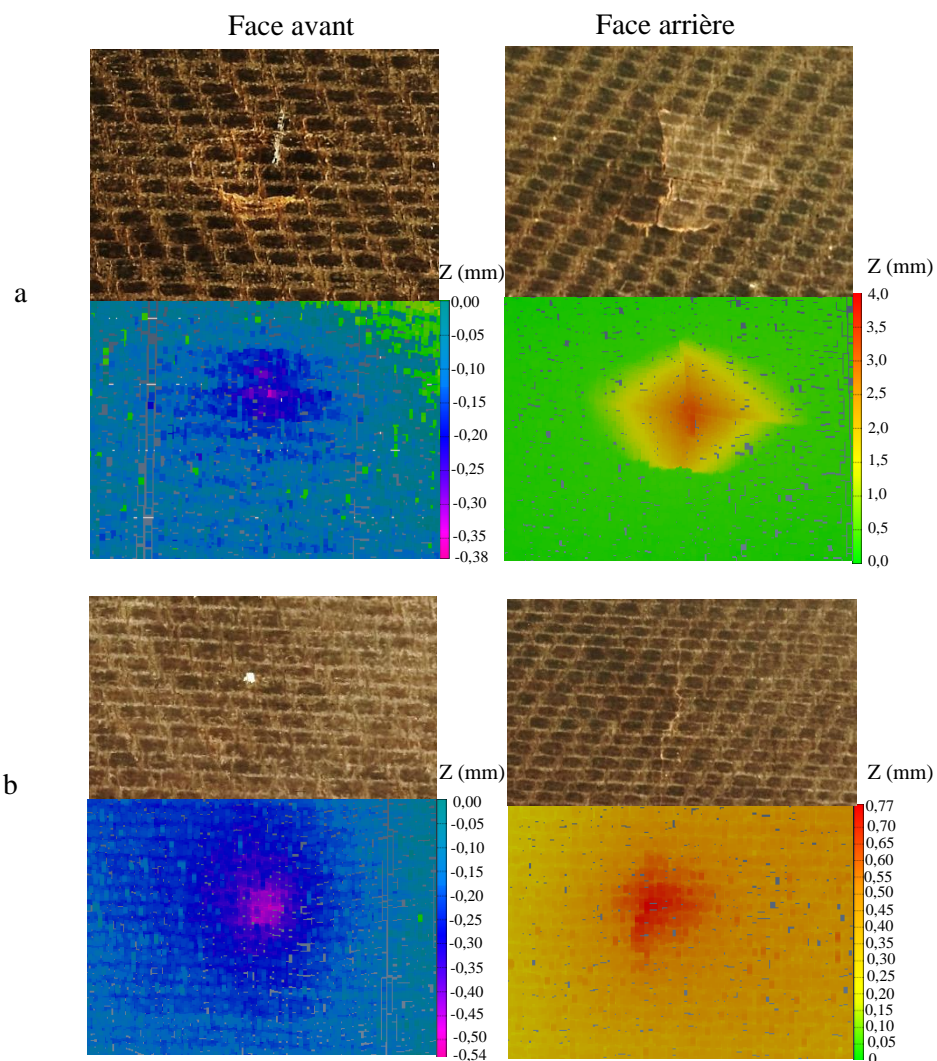
**Tableau 4-5 : Propriétés d'impact des quatre types de composites pour un impact à 3,6 J : force maximale, déplacement maximal et rapport de l'énergie absorbée sur l'énergie investie.**

Le tableau 4-5 montre que c'est le composite multidirectionnel qui a la plus grande force maximale (2,1 kN) tandis que le composite de type sandwich, quant à lui, a la plus faible (1,3 kN). Ce dernier a également le déplacement maximal le plus élevé (3,7 mm). La valeur du déplacement maximal de l'impacteur est seulement de 2,5 mm pour les composites multidirectionnel et alterné et de 3 mm pour le composite unidirectionnel. Le rapport de l'énergie absorbée sur l'énergie investie est respectivement de 97% et 99 % pour les composites unidirectionnel et sandwich alors qu'il n'est que de 76 % et 79 % pour les composites alterné et multidirectionnel. Cette différence traduit une plus grande capacité des composites unidirectionnel et sandwich à dissiper l'énergie d'impact, ce qui explique également l'allure différente de leurs courbes d'impact (figure 4-9).

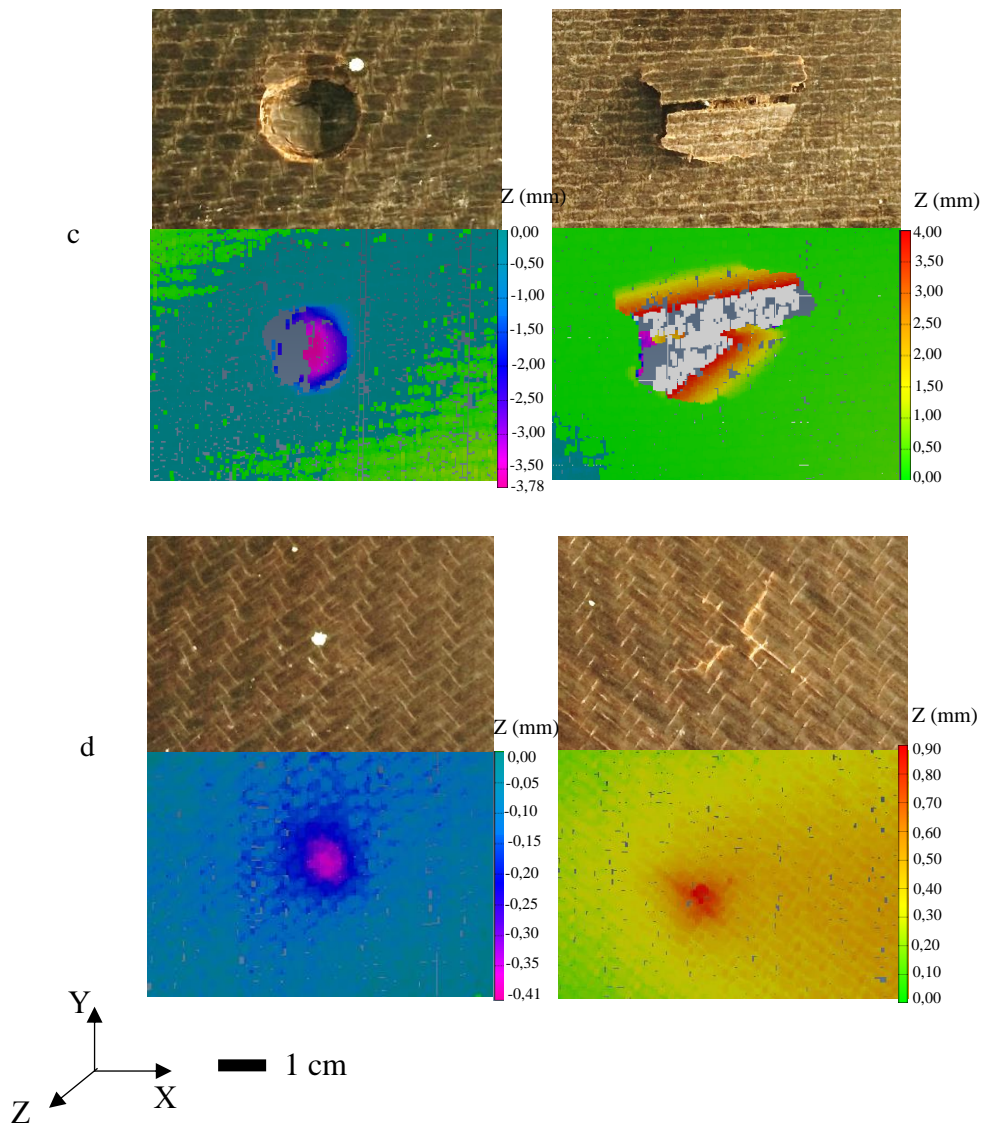
## II.2 Endommagement externe des composites

Une analyse visuelle des composites a tout d'abord été réalisée pour chaque séquence d'empilement sur leur face avant (côté impact) et arrière (côté opposé).

Une analyse topographique a également été effectuée à l'aide d'un bras Römer afin de mesurer le relief résiduel après impact sur les deux faces des échantillons. L'ensemble des résultats ainsi obtenus est représenté sur la figure 4-10.







**Figure 4-10 : Photographies et cartographies topographiques post-impact des faces avant et arrière des composites unidirectionnel (a), alterné (b), sandwich (c) et multidirectionnel (d) impactés à 3,6J.**

Sur la figure 4-10, nous pouvons observer que ce sont les composites unidirectionnel (a) et sandwich (c) qui sont les plus endommagés. Les dommages, de forme hémisphérique en face avant, ont été créés par pénétration de l'impacteur dans les composites, et ont entraîné un décollement du pli externe en face arrière. Ces endommagements importants expliquent la plus grande capacité de ces deux drapages à dissiper l'énergie de l'impact (tableau 4-3).

En ce qui concerne les composites alterné (b) et multidirectionnel (d), nous pouvons remarquer qu'il n'y a pas d'endommagement visible du côté de la face impactée. Cependant, face arrière, nous pouvons observer des fissurations du pli externe. Dans les deux cas, il y a une légère fissuration dans la direction des fibres et une fissuration plus importante perpendiculairement à la direction des fibres. C'est

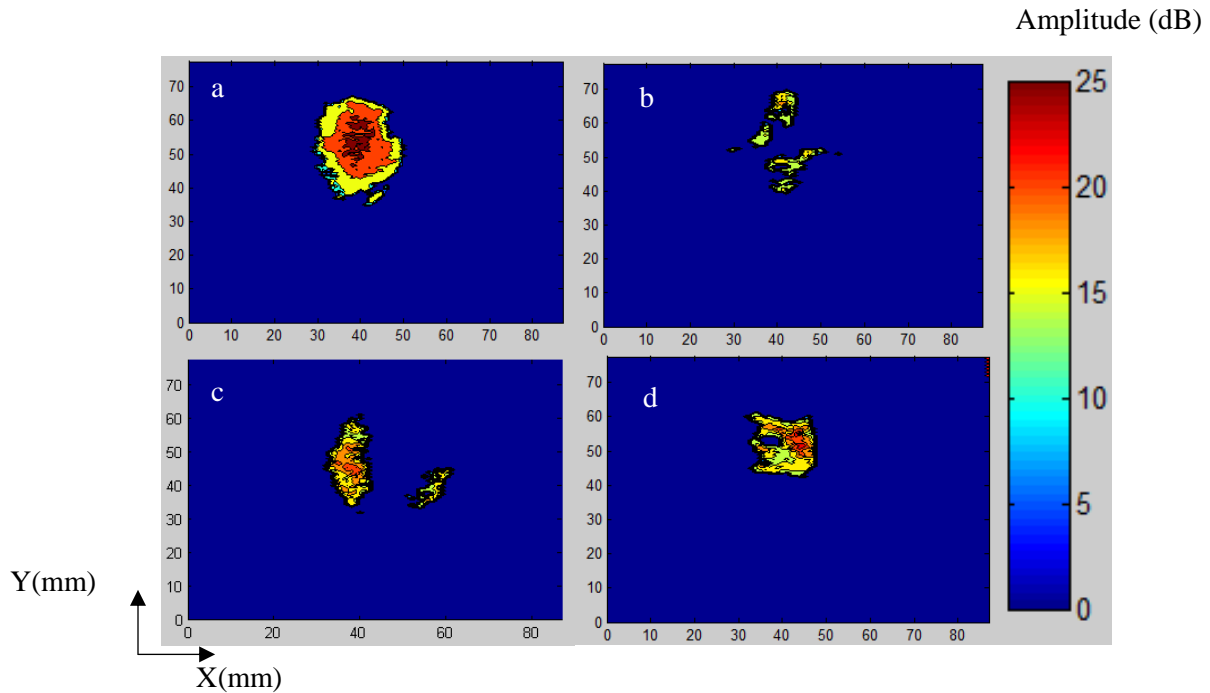
également ce qu'observe Vieille et al. après impact dans le cas de composites à base de fibres de carbone [Vieille et al., 2013].

Concernant les mesures topographiques, on retrouve les mêmes tendances que celles observées précédemment. En effet, les résultats montrent qu'en face avant, les composites alterné et multidirectionnel sont légèrement indentés : 500 et 400  $\mu\text{m}$  respectivement. Pour le composite sandwich, une perforation de 3,8 mm est observée et corrèle bien avec la valeur du déplacement maximal de l'impacteur (3,7 mm dans le tableau 4-3). Concernant les faces arrières des composites, le composite unidirectionnel a une allure pyramidale. La déflexion maximale des composites est observée pour le composite sandwich. Pour cette configuration, la zone blanche correspond à la zone de perforation du composite dans laquelle le composite est complètement détruit. En ce qui concerne les composites alterné et multidirectionnel, une légère déflexion externe a été mesurée en face arrière : 0,7 mm pour le composite alterné et 0,9 mm pour le composite multidirectionnel.

### II.3 Endommagement interne des composites

Pour pouvoir accéder à la visualisation de l'endommagement interne des composites, deux techniques ont été utilisées : le C-scan par ultrasons et la micro-tomographie.

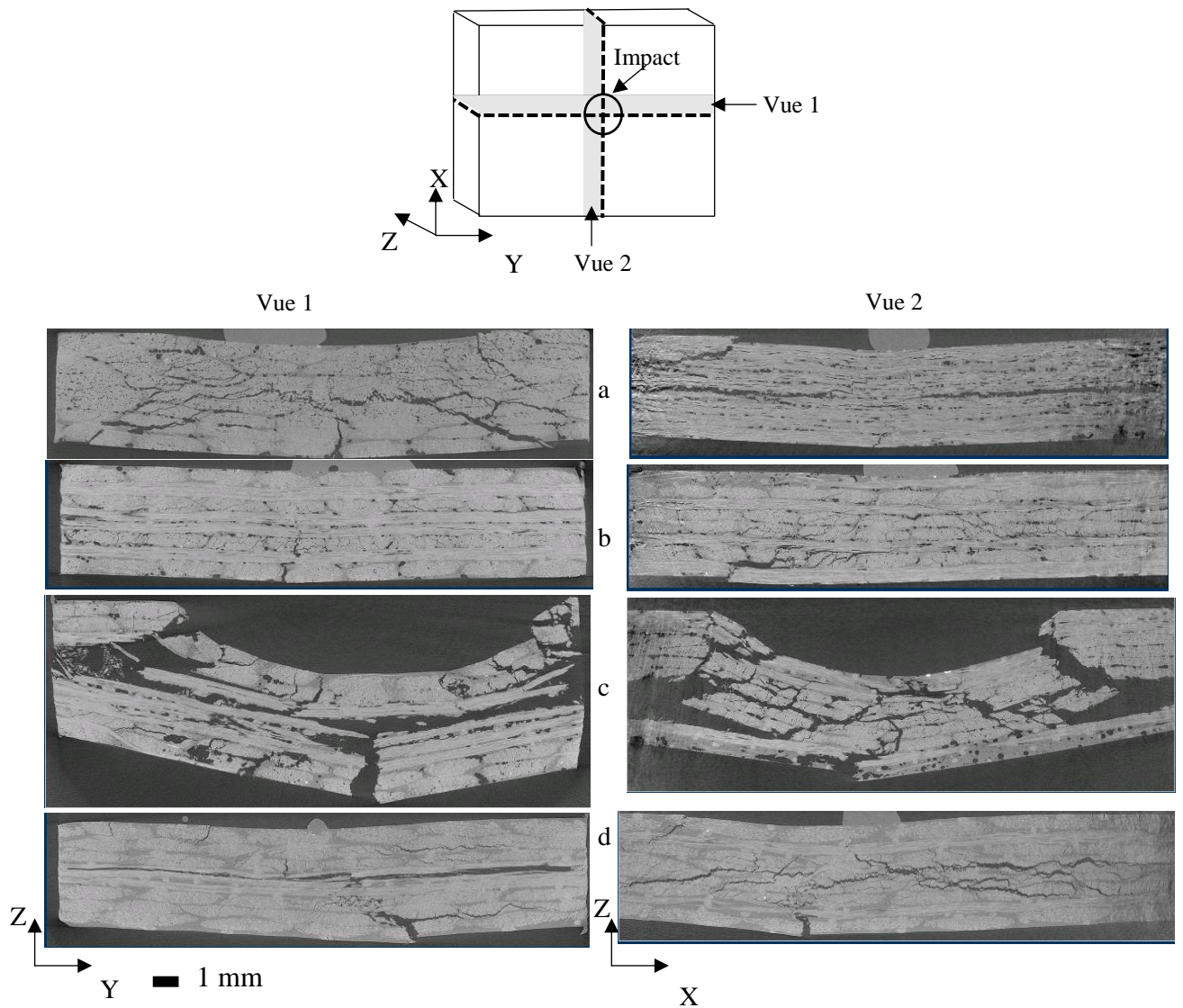
La méthode de C-scan par ultrasons dans l'air a été réalisée sur chacun des composites afin d'évaluer la zone d'endommagement des différents drapages. Les images C-scan correspondent à la projection des endommagements dans toute l'épaisseur de l'échantillon, elles sont représentées dans la figure 4-11.



**Figure 4-11 : Images C-scan des quatre types de composites : unidirectionnel (a), alterné (b), sandwich (c) et multidirectionnel (d) après impact à 3,6 J.**

Les endommagements de chacun des composites peuvent être décrits par leur intensité (niveau des couleurs) ainsi que par leur taille (zone colorée). On voit sur la figure 4-11 que pour le composite unidirectionnel, la zone impactée a une forme circulaire identique à celle de l'impacteur hémisphérique. Au centre du composite, nous pouvons observer une zone cartographiée rouge/marron, l'intensité de cet endommagement se dissipe en s'éloignant du centre du composite. Pour le composite « sandwich », la zone endommagée est non circulaire et a une dimension d'environ 40\*30mm alors que le diamètre de l'impacteur est seulement de 20 mm. Cela peut être expliqué par la perforation de ce composite lors de l'impact. Pour les composites alterné et multidirectionnel, les endommagements sont moins importants et peu visibles. Ces observations correspondent à celles faites précédemment sur la surface des échantillons. Afin de pouvoir bien séparer les endommagements externes des endommagements internes, chaque type de composite a également été observé par micro-tomographie.

Une sélection de vues suivant deux plans perpendiculaires dans la zone d'impact est présentée dans la figure 4-12.



**Figure 4-12 : Images de micro-tomographie pour les quatre types de composites : unidirectionnel (a), alterné (b), sandwich (c) et multidirectionnel (d) après impact à 3,6J.**

On retrouve sur la figure 4-12 que les composites sandwich et unidirectionnel sont les plus endommagés, et plus particulièrement le composite sandwich qui est perforé. Pour le composite unidirectionnel (a), on observe dans la vue 1 (perpendiculaire aux torons de fibres) de nombreuses fissures qui traversent l'épaisseur des plis et qui présentent globalement une zone endommagée de forme conique, typique dans les composites impactés [Lachaud, 2011]. Dans la vue 2, parallèle aux torons de fibres, on voit surtout un délaminage important à mi-épaisseur de l'échantillon. Pour le composite sandwich (c), les endommagements observables sont extrêmement nombreux et importants puisqu'ils ont conduit à la perforation de l'échantillon. Dans le composite alterné (b), les endommagements sont beaucoup moins nombreux et davantage localisés en face arrière. On observe surtout des fissures qui traversent les plis

du composite, mais sont stoppées au pli suivant de par son orientation à  $90^\circ$  par rapport au pli précédent. On voit donc que le drapage alterné permet de limiter la propagation des fissures, ce qui explique la meilleure tenue à l'impact de ce composite. Dans la configuration multidirectionnelle (d), la présence des plis à  $\pm 45^\circ$  limite beaucoup les fissures transverses mais on observe une concentration des dommages à mi-épaisseur du composite, menant à d'importants délaminages. Ces résultats montrent qu'en alternant l'orientation des plis dans le composite, la propagation de l'endommagement peut être limitée. Au contraire, pour le composite de type sandwich, sa plus grande rigidité en flexion et la propagation facilitée des endommagements dans les plis successifs de même orientation va en faire la configuration la plus détériorée lors de l'impact.

### Chapitre III : Evaluation des pertes de propriétés mécaniques

Dans ce chapitre, l'objectif est d'identifier les propriétés résiduelles des quatre configurations de composites en traction et en compression.

#### III.1 En traction post impact

Cinq échantillons impactés de chaque configuration étudiée ont été testés en traction. Les valeurs moyennes obtenues, ainsi que leur évolution par rapport aux mesures effectuées sur des échantillons non impactés, sont présentées dans le tableau 4-6. Pour les éprouvettes impactées, les déformations ont été mesurées par une jauge collée entre le bord de la zone impactée et le bord de l'éprouvette.

	Unidirectionnel	Alterné	Sandwich	Multidirectionnel
Module d'Young	$20 \pm 4,7$	$16,4 \pm 4,6$	$6,1 \pm 0,9$	$12,6 \pm 4,2$
Perte de module d'Young (%)	-50	0	-78	0
Contrainte à la rupture (MPa)	$26,4 \pm 7,8$	$20,1 \pm 3,1$	$5,2 \pm 1,7$	$25,2 \pm 14,5$
Perte de la contrainte à la rupture (%)	-69	-53	-92	-16
Déformation à la rupture (%)	$0,72 \pm 0,35$	$0,21 \pm 0,07$	$0,43 \pm 0,09$	$0,3 \pm 0,11$

Tableau 4-6 : Propriétés mécaniques résiduelles en traction après impact de 3,6J et perte de propriétés par rapport aux propriétés avant impact pour les quatre types de séquences d'empilement.

Les courbes contrainte-déformation ont également été tracées pour les quatre séquences d'empilement sur un échantillon sain et impacté (figure 4-13).

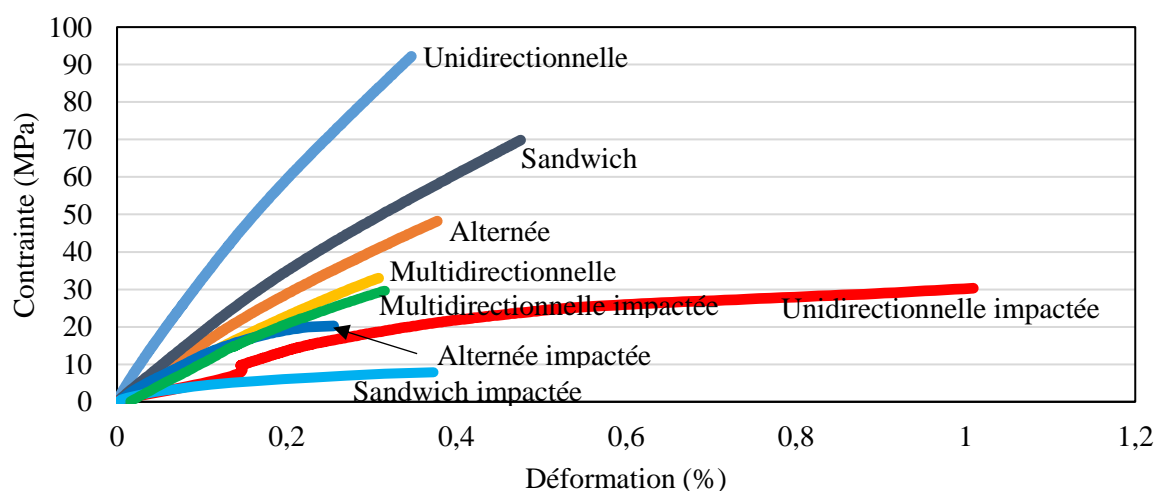


Figure 4-13 : Courbes contrainte-déformation en traction pour les quatre séquences d'empilement des composites avant et après impact de 3,6J.

Les résultats dans le tableau 4-6 et la figure 4-13 montrent que ce sont les composites unidirectionnel et sandwich qui perdent le plus en rigidité avec respectivement une baisse de 50 et 78 % par rapport à leur rigidité avant impact. Par contre, les composites alterné et multidirectionnel conservent la même rigidité qu'après impact. Concernant les contraintes à la rupture, les valeurs extrêmes sont obtenues avec le composite sandwich qui perd 92 % de ses propriétés initiales et le composite multidirectionnel qui ne perd que 16% de sa contrainte à la rupture initiale.

Pour mieux comprendre les mécanismes de déformation mis en jeu lors des tractions post-impact, les champs de déformation ont été mesurés par corrélation d'images. La figure 4-14 présente les cartographies des déformations longitudinales obtenues à 0,1, 25, 50, 75 et 99 % de la contrainte à rupture pour chaque configuration.

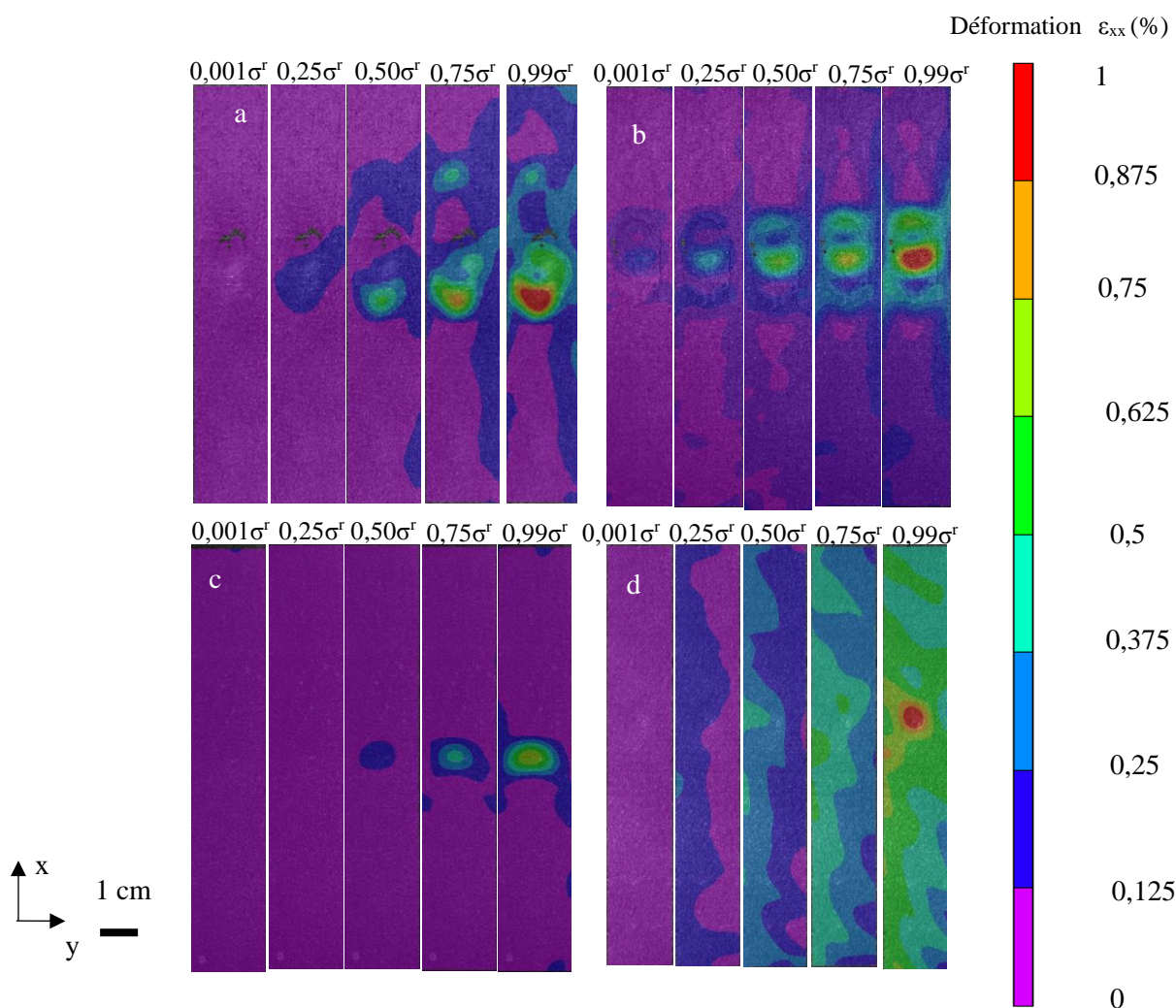


Figure 4-14 : Champs de déformation en traction mesurés par corrélation d'images pour les éprouvettes impactées à 3,6J unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).

La figure 4-14 montre que les composites unidirectionnel, alterné et sandwich ne se déforment que très peu en dehors de la zone impactée : cette déformation à l'extérieur de l'impact ne dépasse pas 0,1 %. Pour ces trois drapages, il y a une très forte hétérogénéité des déformations, avec une forte concentration au niveau de la zone impactée. Le composite multidirectionnel, à l'opposé, se déforme de façon quasi homogène jusque 75% de taux de contrainte. Ce n'est qu'en fin d'essai que la zone de déformation maximale se concentre dans la zone impactée. Concernant la déformation de la zone impactée, elle est moins importante dans le cas du composite sandwich qui a été endommagé sévèrement par l'impact et va donc rompre pour une contrainte très faible (5,2 MPa). Cette analyse montre donc que la présence des plis à  $\pm 45^\circ$  dans le drapage multidirectionnel permet de limiter les endommagements lors de l'impact et de « gommer » la zone d'impact lors de la traction post-impact jusqu'à 75 % de la contrainte à rupture. Cela explique ses meilleures performances post-impact en traction, avec un module inchangé et une perte de contrainte à rupture de 16 % (tableau 4-6).

### III.2 En compression post-impact

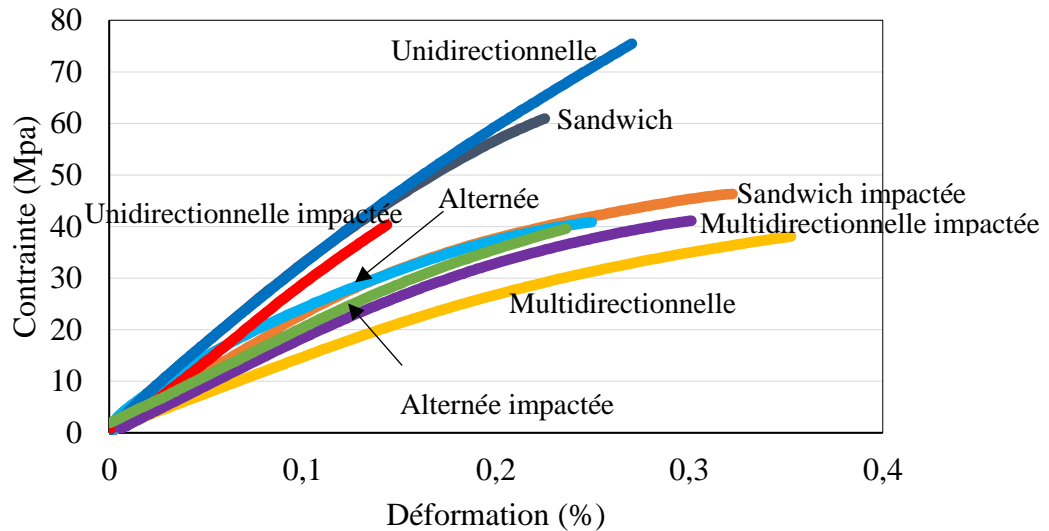
Le tableau 4-7 regroupe les propriétés en compression après impact (en valeurs absolues) des quatre configurations de composite et leurs pertes de propriétés (%) par rapport à celles établies dans le cas de composites sains.

	Unidirectionnel	Alterné	Sandwich	Multidirectionnel
Module (GPa)	15,3 ± 6,7	16,2 ± 3,9	9,3 ± 1,3	13,1 ± 4,7
Perte de module (%)	-23	-14	-61	-10
Contrainte à la rupture (MPa)	47,4±8,3	41,2 ± 2,2	41,2 ± 4	41 ± 1,2
Perte de la contrainte à la rupture (%)	-36	-7	-35	0
Déformation à la rupture (%)	0,2±0,11	0,25±0,05	0,20±0,10	0,31±0,05

**Tableau 4-7 : Propriétés mécaniques résiduelles en compression (en valeurs absolues) après impact de 3,6J et perte de propriétés par rapport aux propriétés avant impact pour les quatre types de séquences d'empilement.**

Les courbes contrainte-déformation en compression ont également été tracées pour les quatre séquences d'empilement sur un échantillon sain et impacté (figure 4-15).





**Figure 4-15 : Courbes contrainte-déformation en valeurs absolues en compression pour les quatre séquences d'empilement des composites avant et après impact de 3,6J.**

D'après le tableau 4-7 et la figure 4-15, c'est le composite sandwich qui perd le plus ses propriétés en compression après impact. En effet, un impact de 3,6 J cause pour ce drapage une perte de module de 61% et une perte de contrainte à rupture de 35%. Le composite unidirectionnel subit la même perte de contrainte à la rupture. En revanche, il ne perd que 23 % de sa rigidité en compression. Concernant les propriétés des composites alterné et multidirectionnel, ils sont moins affectés que les autres composites : ils perdent respectivement 14 et 10% de leurs rigidités initiales. Leurs contraintes à la rupture, quant à elles, sont affectées de 7 et 0%.

Les champs de déformation longitudinale en compression des quatre types de composites ont également été mesurés grâce à la corrélation d'image et sont présentés dans la figure 4-16.

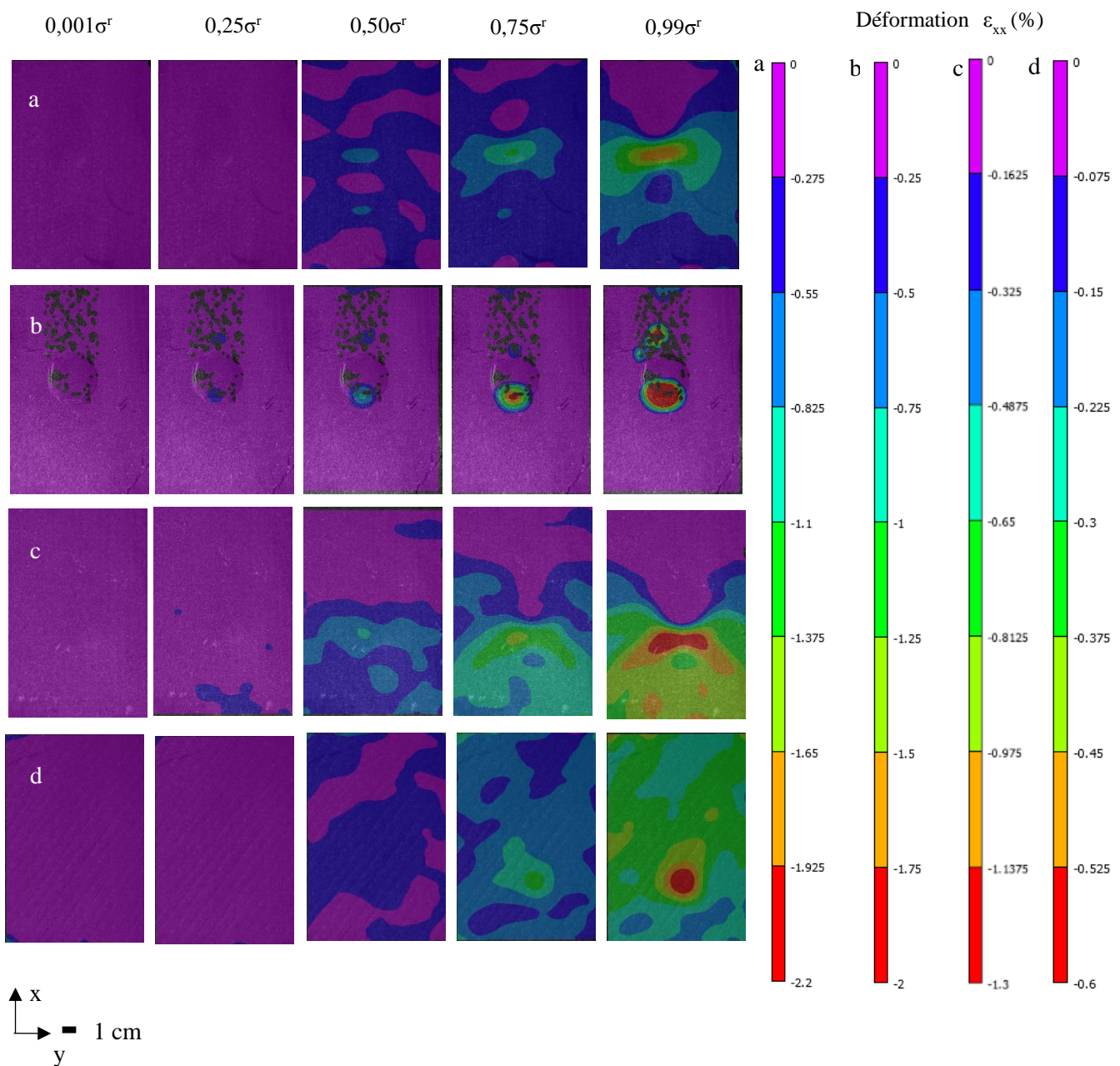


Figure 4-16 : Champs de déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images en compression pour les éprouvettes impactées à 3,6 J : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).

Dans la figure 4-16, cinq niveaux de contrainte sont présentés pour chaque configuration : 0,1, 25, 50, 75 et 99 % de la contrainte à rupture de chaque échantillon. Comme attendu, les zones de déformations les plus élevées sont localisées dans les zones impactées.

C'est l'éprouvette multidirectionnelle qui se déforme le moins avec un maximum de 0,6% dans la zone impactée pour un taux de contrainte de 99% de  $\sigma^r$ . A l'opposé, le drapage alterné a un un taux de déformation de 2% dans la zone impactée juste avant rupture. Les éprouvettes unidirectionnelle et

sandwich, qui sont les plus endommagées par l'impact (figure 4-12) se déforment d'une façon différente par rapport aux deux autres drapages, avec un début de flambement autour de la zone impactée. Les valeurs maximales dans la zone d'impact atteintes dans ces deux cas sont de 1,3% pour le composite sandwich et de 1,9% pour le composite unidirectionnel.

### III.3 Caractérisation des endommagements

#### III.3.1 En traction

Les enregistrements d'émission acoustique ont également été réalisés au cours des essais de traction sur des éprouvettes impactées. La figure 4-17 montre les graphes amplitudes-temps pour les quatre types de séquences d'empilement en traction.

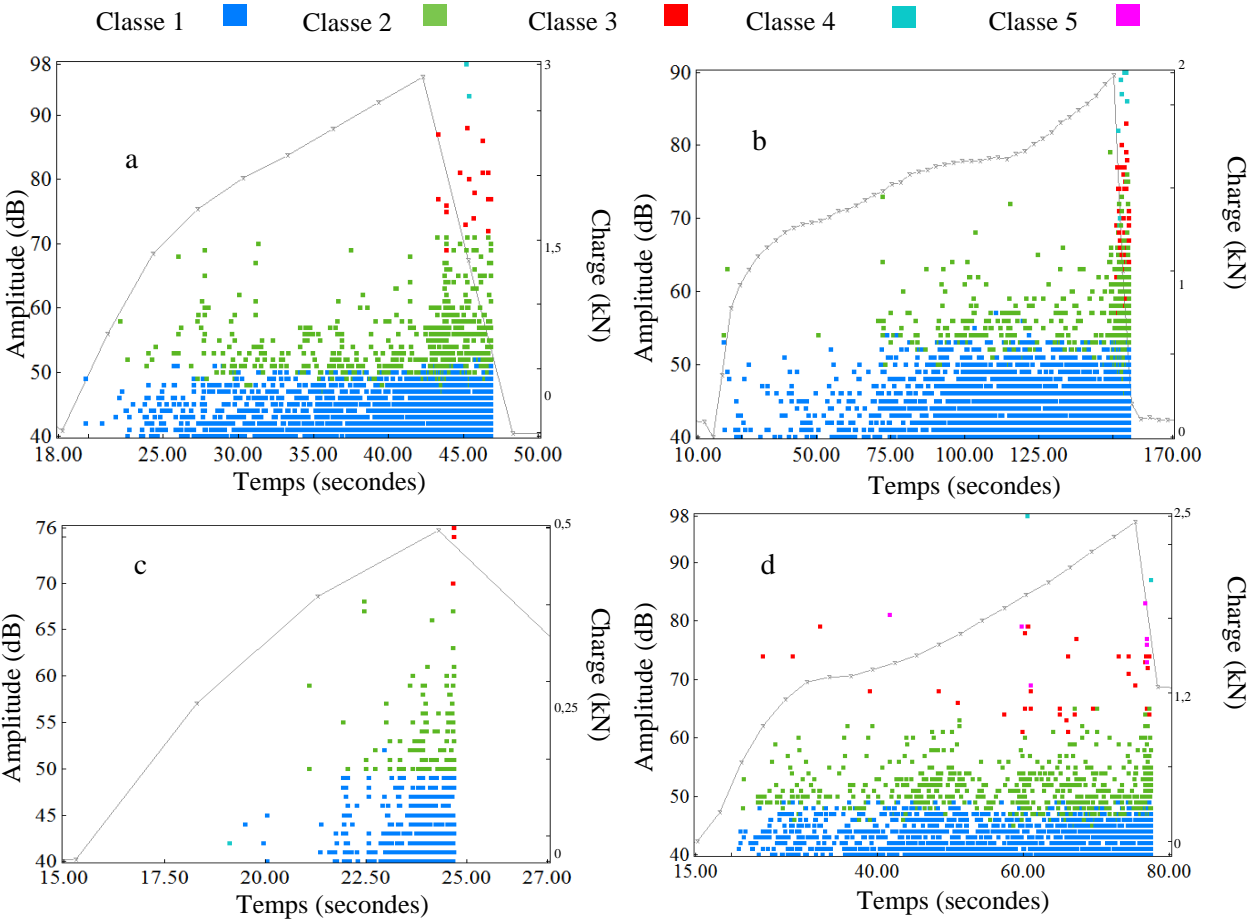
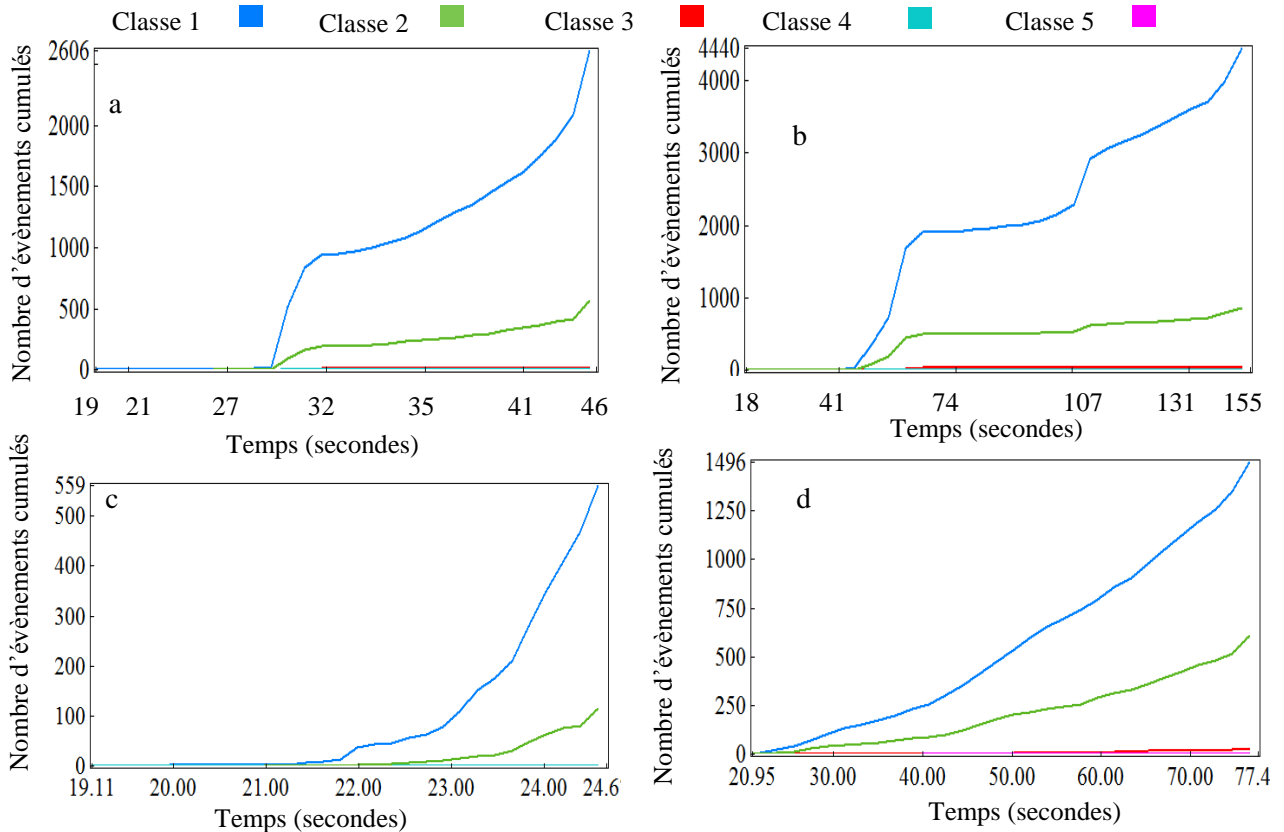


Figure 4-17 : Amplitude des évènements acoustiques en fonction du temps et courbe de traction des éprouvettes impactées à 3,6 J : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).

Le graphique des évènements cumulés en fonction du niveau de charge de chaque classe des quatre types de séquences d'empilement est présenté sur la figure 4-18.



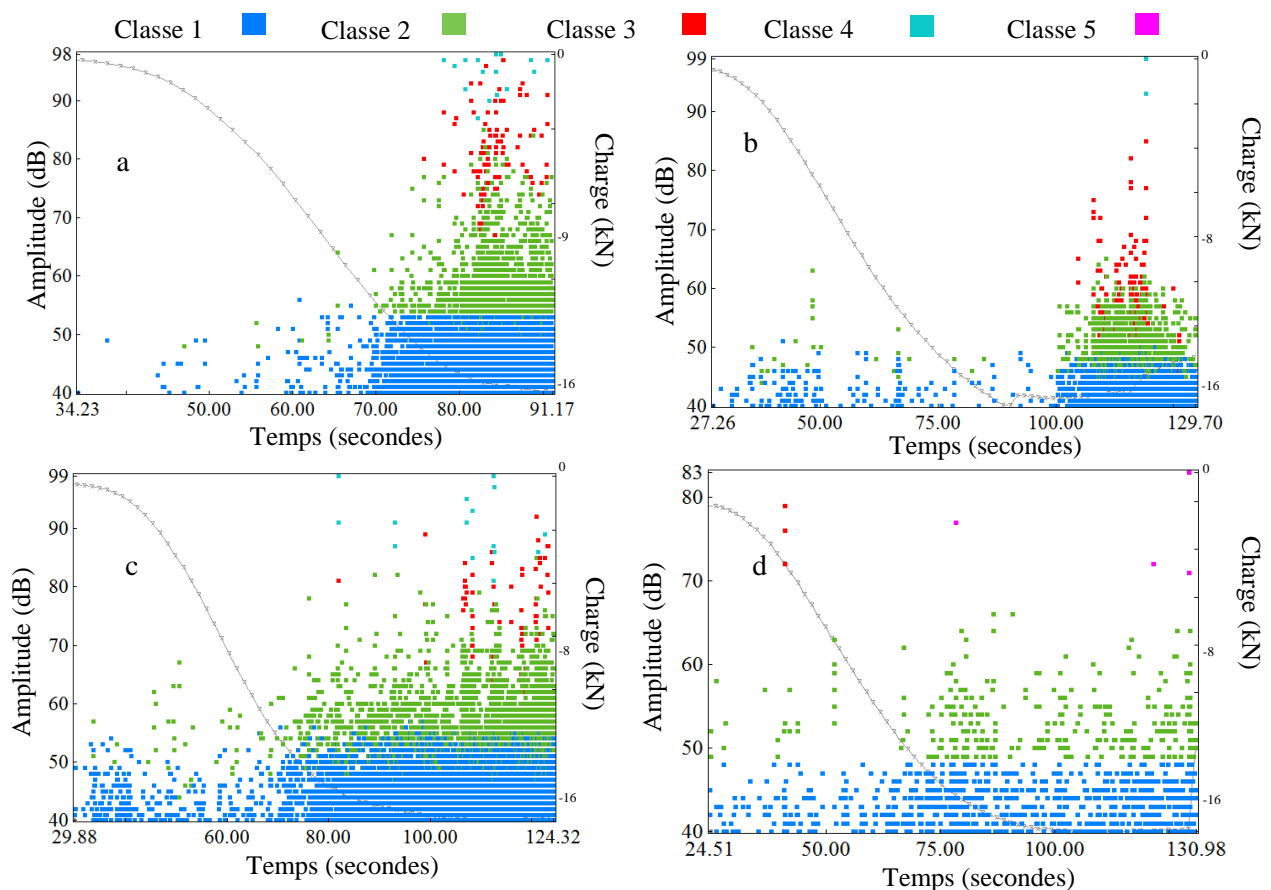
**Figure 4-18 : Nombre d'évènements acoustiques cumulés en fonction du temps en traction après impact de 3,6 J pour chaque type d'éprouvette : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**

Les composites conservent le même nombre de classes que dans les éprouvettes saines mais les évènements se manifestent de façon différentes. Pour les composites a, b et c, on observe une cinétique d'endommagement beaucoup plus rapide en début d'essai que celle mesurée dans les éprouvettes saines (figure 4-6). Cela s'explique par le fait que les dommages créés par l'impact vont pouvoir se développer plus facilement que les dommages apparaissant dans une éprouvette saine. Pour le composite sandwich, l'endommagement créé par l'impact est tel (perforation), que l'essai de traction ne dure que quelques secondes, la rupture a lieu très rapidement et donc très peu d'évènements acoustiques ont été enregistrés. Dans le cas du composite multidirectionnel, l'allure des courbes d'évolution des endommagements est la même que dans l'éprouvette saine. Ceci s'explique par le faible endommagement à l'impact de ce

drapage. Toutefois, les évènements liés au délaminage apparaissent plus tôt dans cet essai que dans le cas de l'éprouvette saine (figure 4-5). Cela est probablement dû au fait que l'éprouvette étant pré-endommagée par l'impact, une contrainte plus faible que dans l'éprouvette saine est nécessaire pour développer ce type d'endommagements, et donc pour émettre les échos acoustiques correspondants. De plus, on notera que le composite multidirectionnel présente le nombre cumulé d'évènements acoustiques le plus faible par comparaison avec les trois autres drapages (figure 4-18).

### III.3.2 En compression

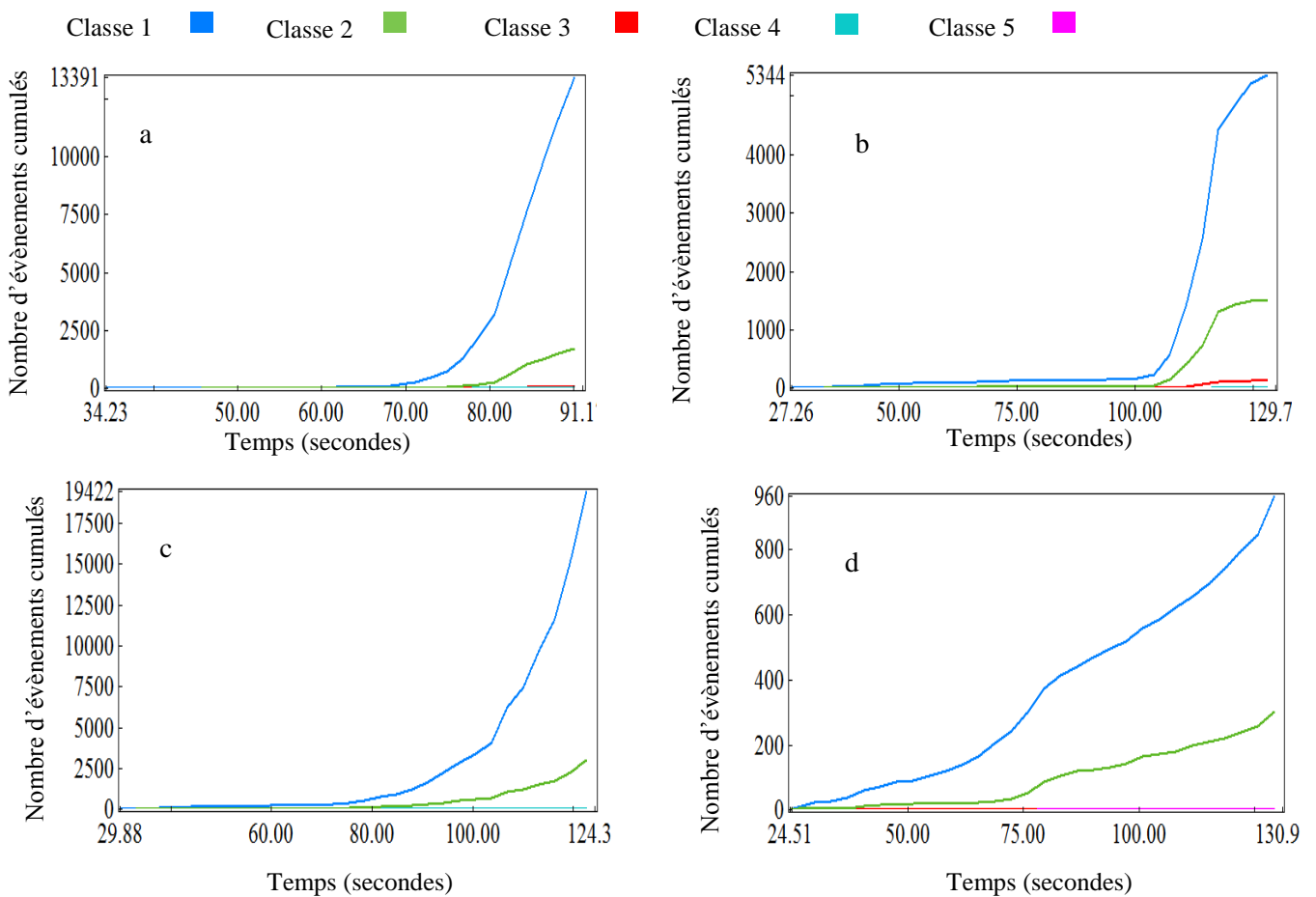
Les analyses d'émission acoustique ont également été faites lors des essais de compression sur les éprouvettes impactées. Les résultats sont présentés dans les figures 4-19 et 4-20.



**Figure 4-19 : Amplitude des évènements acoustiques en fonction du temps et courbe de compression des éprouvettes impactées à 3,6 J : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**

On constate sur la figure 4-19 que, pour tous les types de composites étudiés, les gammes d'amplitude obtenues en compression après impact sont identiques à celles des éprouvettes saines, mais le nombre

d'échos acoustiques enregistrés est plus important dans les éprouvettes impactées qu'il ne l'était dans les éprouvettes saines (figure 4-7). Cela s'explique par le fait que les dommages créés par l'impact constituent des amorces d'endommagement. Ceux-ci vont donc ensuite pouvoir se développer lors des essais de compression plus rapidement et en nombre plus important. Comme dans le cas de la traction, on notera que le composite multidirectionnel a le nombre cumulé d'évènements acoustiques le plus faible par comparaison avec les trois autres drapages (figure 4-20).



**Figure 4-20 : Nombre d'évènements acoustiques cumulés en fonction du temps en compression après impact de 3,6 J pour chaque type d'éprouvette : unidirectionnelle (a), alternée (b), sandwich (c) et multidirectionnelle (d).**



## Chapitre IV : Analyse numérique

### IV.1 Pré-impact

#### IV.1.1 Démarche

Dans un premier temps, les quatre sortes de composites sains ont été modélisées numériquement sur Abaqus en traction et en compression afin d'obtenir leurs champs de déformation.

En ce qui concerne les conditions aux limites et chargements appliqués à l'éprouvette en traction, elle sera encadrée à une extrémité en utilisant un nœud maître et l'effort sera également appliqué via un nœud maître comme le décrit la figure 4-21.

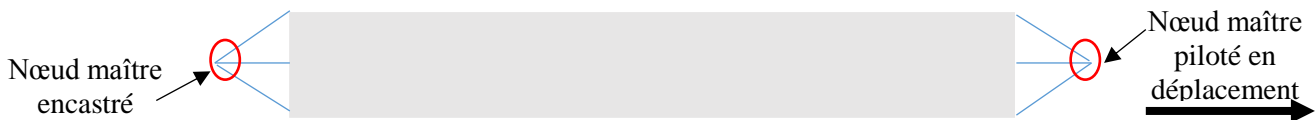


Figure 4-21 : Représentation des conditions aux limites de l'éprouvette en traction.

En ce qui concerne les conditions aux limites et chargements appliqués à l'éprouvette en compression, elle sera encadrée à une extrémité et l'effort sera appliqué de l'autre côté. L'éprouvette sera bloquée de part et d'autre comme décrit dans la figure 4-22.

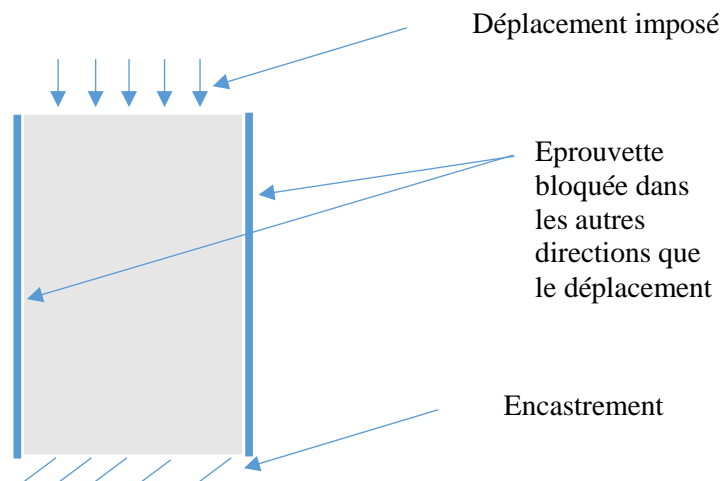


Figure 4-22 : Conditions aux limites de l'éprouvette en compression.



L'éprouvette a été modélisée avec des éléments de type coque S8R de 3,1 mm de côté pour les éprouvettes de traction et 2,5 mm de côté pour les éprouvettes de compression. Les huit plis unitaires ont été créés en leur attribuant des épaisseurs de 0,5 mm pour faire une épaisseur totale de l'éprouvette de 4mm. Chaque pli a été orienté selon l'angle avec le repère de la pièce afin de correspondre aux quatre configurations d'empilement : unidirectionnelle, alternée, sandwich ou multidirectionnelle.

Pour chaque pli, une loi de comportement élastique orthotrope avec les paramètres déterminés dans la partie 3 dans la carte matériau a été utilisée. La démarche de dialogue essais-calculs avant impact est décrite dans la figure 4-23.

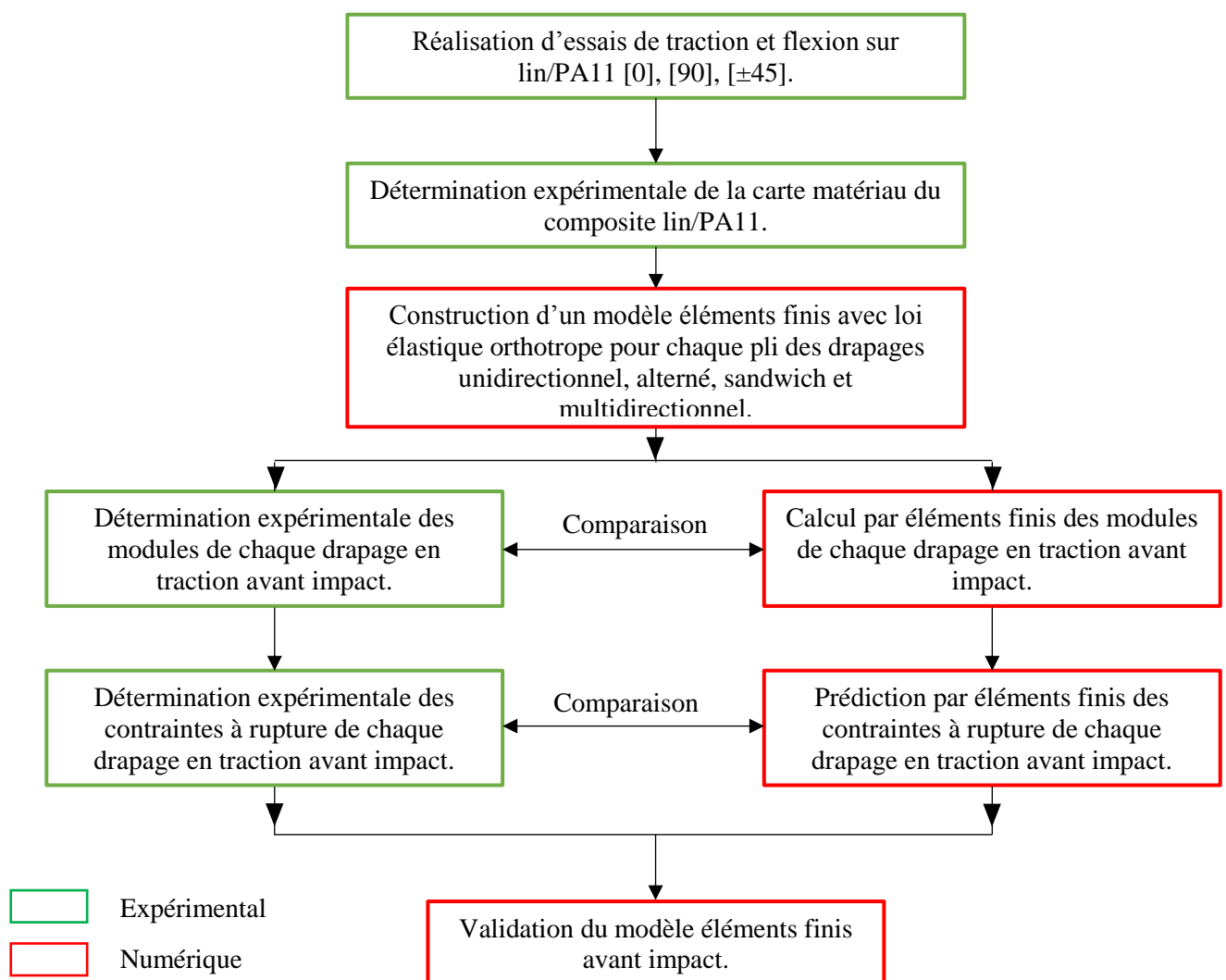


Figure 4-23 : Démarche de dialogue essais-calculs par éléments finis (EF) avant impact.

#### IV.1.2 Comparaison des résultats expérimentaux et numériques

En modélisant les quatre séquences d'empilement, nous pouvons calculer les modules et contraintes à la rupture de chaque type de composite.

Pour connaître les contraintes à la rupture, le critère de Tsai-Hill a été appliqué. Il se calcule de la manière suivante :

Le critère est appliqué pour chacun des plis dans le repère d'orthotropie (1, 2, 3), il est défini de la manière suivante :

$$I_f = \frac{\sigma_{11}^2}{X_1^2} - \frac{\sigma_{11}\sigma_{22}}{X_1^2} + \frac{\sigma_{22}^2}{X_2^2} + \frac{\sigma_{12}^2}{S_{12}}$$

Le critère de rupture est atteint pour  $I_f=1$

Avec :  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$ ,  $\sigma_{12}$  : contraintes calculées dans le repère d'orthotropie du pli.

$X_1$ ,  $X_2$ ,  $S_{12}$  : contraintes à rupture déterminées expérimentalement.

Ce modèle permet de distinguer la traction et la compression en termes de contraintes à la rupture :

En traction :  $X_1=X_1^t$  si  $\sigma_{11} >0$  et  $X_2=X_2^t$  si  $\sigma_{22} >0$

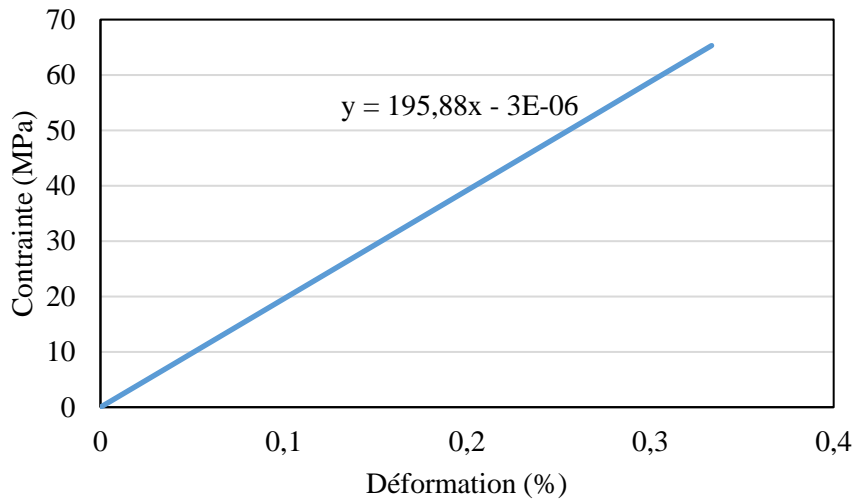
$X_1^t$  et  $X_2^t$  : contraintes à rupture en traction déterminées expérimentalement dans les directions 1 et 2.

En compression :  $X_1=X_1^c$  si  $\sigma_{11} <0$  et  $X_2=X_2^c$  si  $\sigma_{22} <0$

$X_1^c$  et  $X_2^c$  : contraintes à rupture en compression déterminées expérimentalement dans les directions 1 et 2.

Pour un calcul par éléments finis donné, la contrainte à rupture du drapage considéré sera donnée par la contrainte appliquée divisée par la valeur maximale  $I_f$  du critère.

Pour la détermination du module, les courbes numériques de contraintes-déformations ont été tracées, comme montré sur la figure 4-24.



**Figure 4-24 : Courbe numérique contrainte-déformation calculée par éléments finis pour l'éprouvette alternée.**

On voit sur la figure 4-24 que la pente de la courbe donne un module d'Young de 19,5 GPa pour l'éprouvette alternée. Le tableau 4-8 présente les comparaisons des modules et contraintes à la rupture obtenue expérimentalement ou numériquement pour chaque drapage en traction.

	Unidirectionnel	Alterné	Sandwich	Multidirectionnel
Module mesuré (GPa)	39,6 ± 4,2	17,1±0,6	21±2,7	12,6±0,5
Module calculé (GPa)	35,4	19,6	19,6	14,6
Contrainte à la rupture mesurée (MPa)	86,5±4,2	42,7±15,5	71,3±10	30±3,2
Contrainte à la rupture calculée (MPa)	86	46	46	35

**Tableau 4-8 : Modules et contraintes à la rupture obtenus expérimentalement et numériquement pour chaque drapage en traction avant impact.**

Le tableau 4-8 montre une bonne concordance entre les valeurs mesurées en traction avant impact sur les quatre drapages étudiés et les valeurs obtenues par éléments finis, sauf en ce qui concerne la contrainte à rupture du composite sandwich (71 MPa mesuré et 46 MPa calculé).

Le modèle de compression, qui ne prend pas en compte de nombreux phénomènes spécifiques à ce type de sollicitation (microflambage des fibres, instabilité, flambage de la structure...) ne permet pas

d'obtenir des valeurs correctes de rigidités et contraintes à rupture en compression. Ce modèle sera donc utilisé seulement pour l'analyse des champs de déformation, d'un point de vue qualitatif.

#### IV.2 Démarche post-impact

Dans un second temps, une zone circulaire a été modélisée au centre de chacune des éprouvettes comme présentée dans la figure 4-25. Cette zone est de 20 mm ce qui correspond à la taille de l'impacteur hémisphérique et donc à la zone impactée.

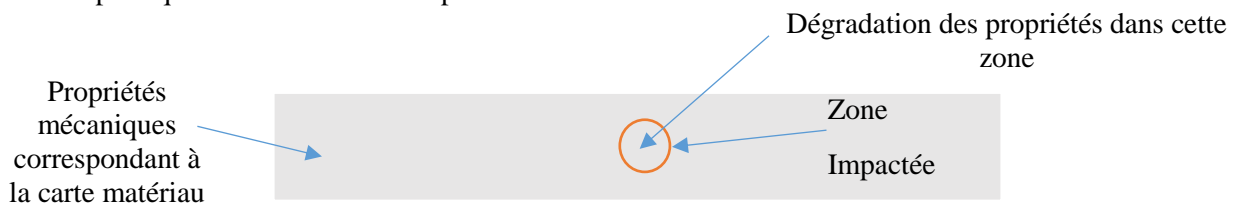


Figure 4-25 : Modélisation de la zone impactée sur une éprouvette de traction.

Cette zone a alors été maillée comme décrit sur la figure 4-26. Des éléments de type coque S8R ont été utilisés, de 3,1mm dans la partie non-impactée et de 1 mm dans la partie impactée.

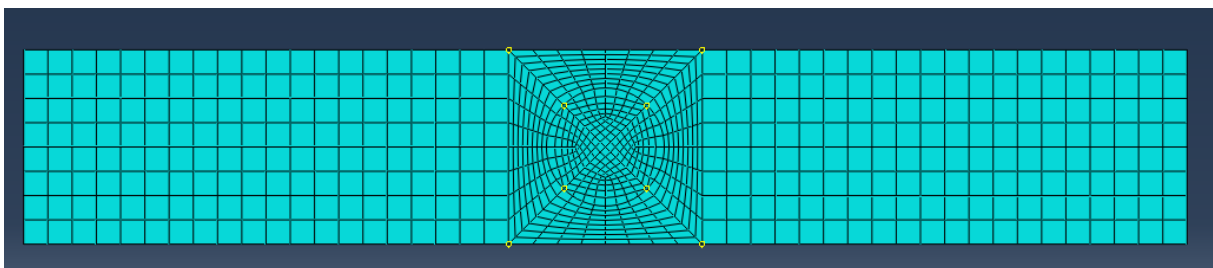


Figure 4-26 : Maillage de l'éprouvette de traction avec la zone impactée.

La même méthodologie est appliquée pour les composites en compression. Une zone circulaire a été modélisée au centre de chacune des éprouvettes comme présentée dans la figure 4-27. Cette zone est également de 20 mm.

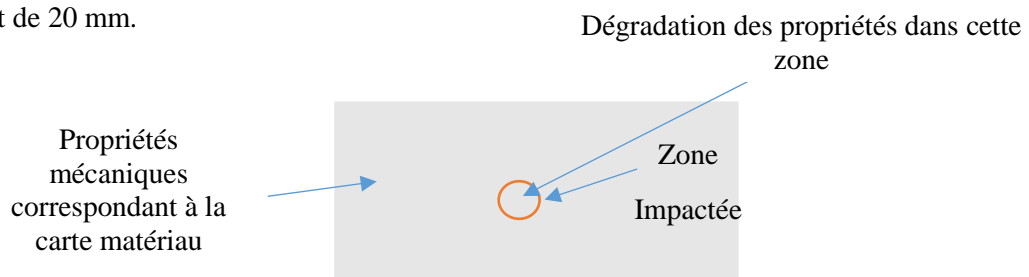
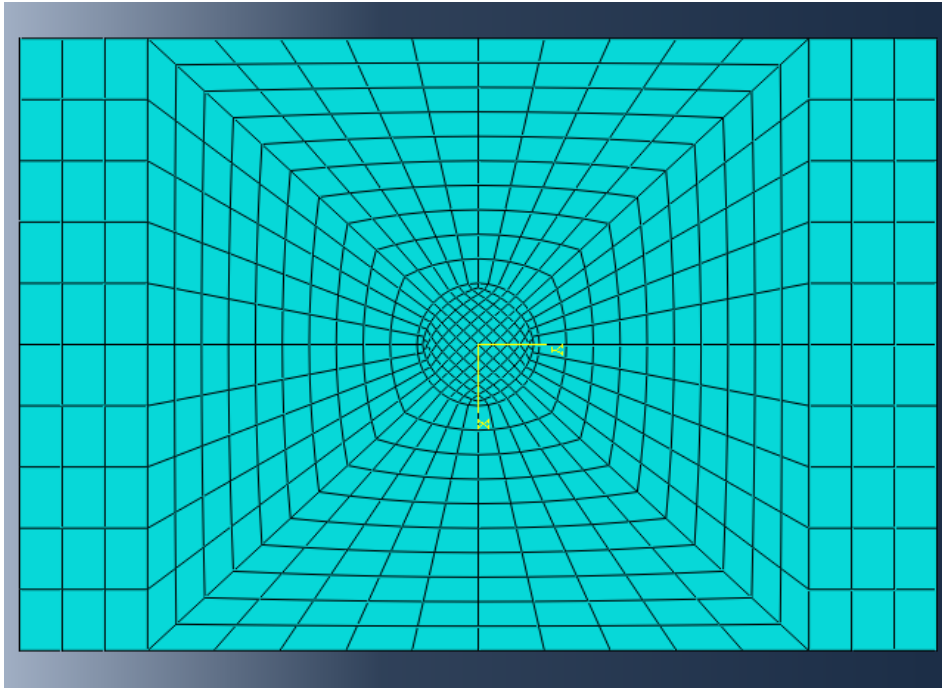


Figure 4-27 : Modélisation de la zone impactée sur une éprouvette de compression.

L'éprouvette de compression a été maillée comme présenté dans la figure 4-28. L'éprouvette a été modélisée avec des éléments de type coque S8R de 10 mm pour la partie non-impactée et 1,4 mm pour la partie impactée.



**Figure 4-28 : Maillage d'une éprouvette de compression.**

La démarche de dialogue essais-calculs après impact est décrite dans la figure 4-29.

Les modules dans la zone circulaire ont été dégradés par rapport aux valeurs des modules de la carte matériau, utilisées dans la partie saine de l'éprouvette. Les valeurs des modules dégradés ont été déterminées par itération, en comparant les déformations maximales mesurées par corrélation d'images en traction dans la zone impactée et les déformations calculées par éléments finis dans la zone circulaire. Ensuite, ce sont ces mêmes valeurs de modules dégradés qui ont été utilisées pour les calculs en compression.

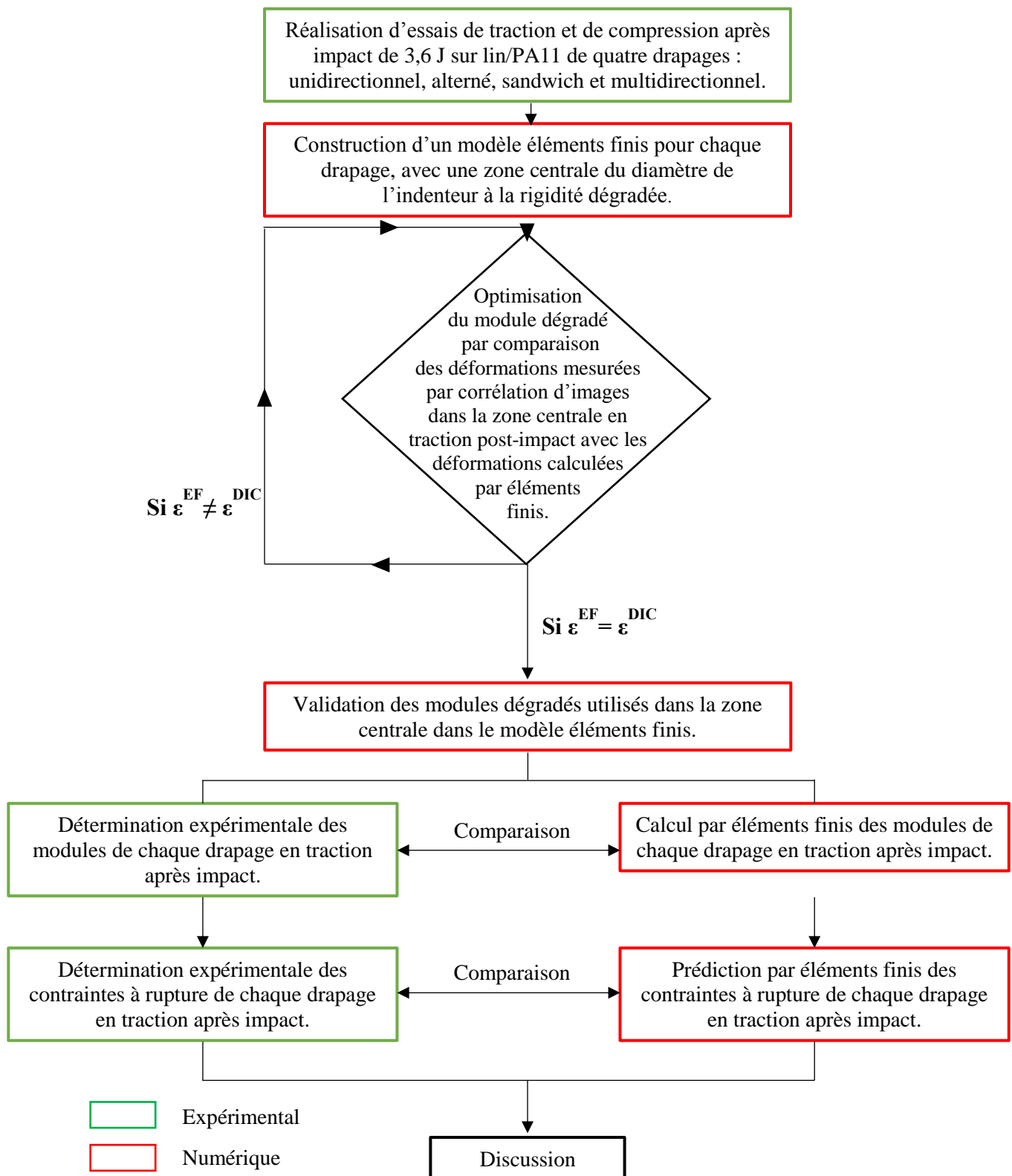


Figure 4-29 : Démarche de dialogue essais-calculs par éléments finis après impact.

Seule la valeur du module d'Young longitudinal ( $E_l$ ) a été dégradée dans les drapages unidirectionnel, alterné et sandwich. Initialement, pour le matériau sain, cette valeur était de 35 GPa.

Dans l'éprouvette unidirectionnelle, il a été pris égal à 9 GPa dans la zone impactée. Pour l'éprouvette alternée, le module longitudinal a été légèrement dégradé : il a été fixé à 30 GPa. En ce qui concerne l'éprouvette sandwich, le module d'Young longitudinal de l'éprouvette a été diminué à 5 GPa pour obtenir une déformation maximale identique à celle obtenue par corrélation d'images. Enfin, pour le composite multidirectionnel, le module d'Young longitudinal a été légèrement dégradé (30 GPa) mais le module de cisaillement a également été diminué à 1,8 GPa au lieu de 2,02 GPa pour le matériau sain.

On voit donc que les amplitudes de dégradation appliquées aux modules des différents drapages correspondent à leur niveau d'endommagement observé par micro-tomographie (figure 4-12) : faible dégradation du module pour les composites alternés et multidirectionnels et forte dégradation du module pour les composites unidirectionnel et sandwich.

#### IV. 3 Comparaison avec les résultats expérimentaux post-impact

##### IV.3.1 *En traction*

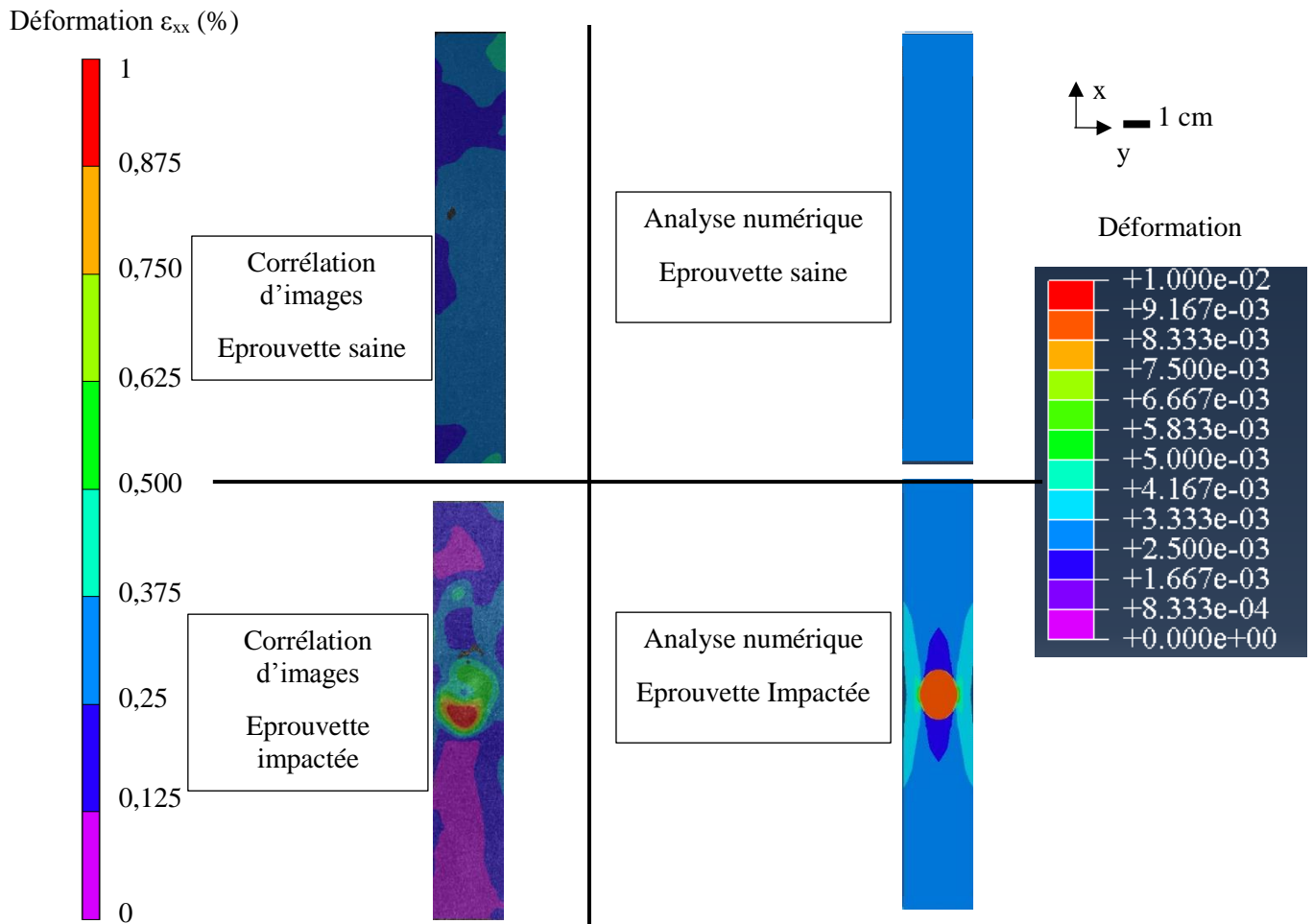
Le tableau 4-7 présente les comparaisons des modules et contraintes à la rupture post-impact obtenus expérimentalement ou numériquement pour chaque drapage en traction.

	Unidirectionnel	Alterné	Sandwich	Multidirectionnel
Module mesuré (GPa)	$20 \pm 4,7$	$16,4 \pm 4,6$	$6,1 \pm 0,9$	$12,6 \pm 4,2$
Module calculé (GPa)	16	18	8,2	13,5
Contrainte à la rupture mesurée (MPa)	$26,4 \pm 7,8$	$20,1 \pm 3,1$	$5,2 \pm 1,7$	$25,2 \pm 14,5$
Contrainte à la rupture calculée (MPa)	52	42	19	32

**Tableau 4-7 : Modules et contraintes à la rupture post-impact obtenus expérimentalement et numériquement pour chaque drapage en traction.**

Nous observons que les modules expérimentaux et numériques sont très proches. Cependant, les contraintes à la rupture numériques, légèrement diminuées par la dégradation du module dans la zone impactée, restent beaucoup plus élevées que celles obtenues expérimentalement.

La figure 4-30 présente par exemple, pour le drapage unidirectionnel, les champs de déformation à 99% de la contrainte à la rupture modélisés par EF et mesurés par DIC en traction avant et après impact.



**Figure 4-30 : Champs de déformation mesurés par corrélation d'images et modélisés par éléments finis en traction pour le drapage unidirectionnel avant et après impact de 3,6 J pour un niveau de chargement de 99% de la contrainte à rupture.**

Concernant l'éprouvette saine, on retrouve logiquement un champ globalement homogène dans le cas des mesures et de l'analyse numérique. Pour l'éprouvette impactée, la déformation atteint 1% dans la zone de l'impact. Le calcul numérique montre que les champs autour de la zone impactée se déforment jusqu'à 0,50%. Sur le reste de l'éprouvette, les champs restent assez homogènes et ne se déforment que



très peu. Ces résultats correspondent globalement aux valeurs obtenues par corrélation d'images. Pour les trois autres drapages, les correspondances sont similaires.

#### IV. 3.2 En compression

La figure 4-31 présente par exemple, pour le drapage unidirectionnel, les champs de déformation à 99% de la contrainte à la rupture modélisés par EF et mesurés par DIC en compression avant et après impact.

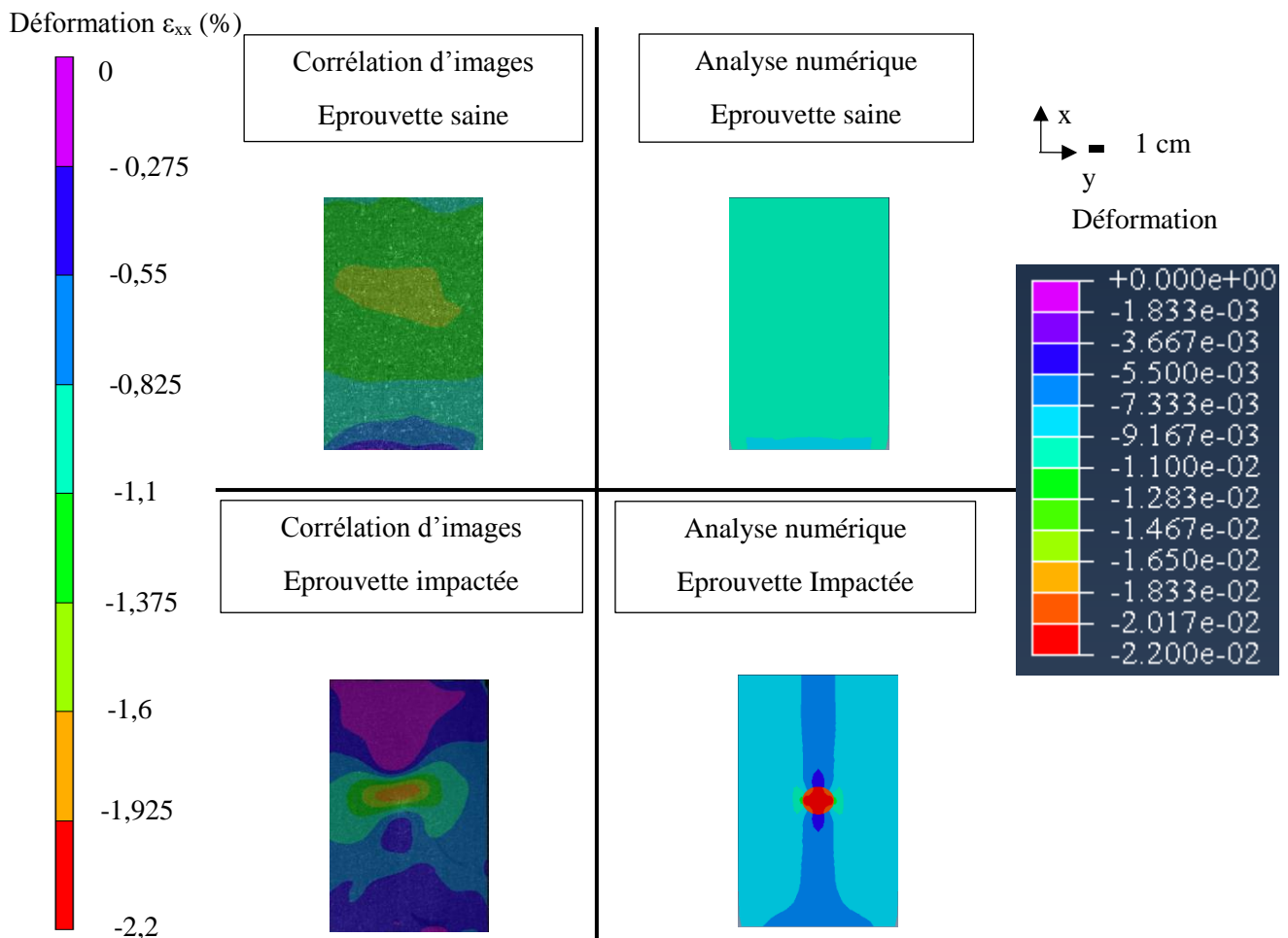


Figure 4-31 : Champs de déformation mesurés par corrélation d'images et modélisés par éléments finis en compression pour le drapage unidirectionnel avant et après impact de 3,6 J pour un niveau de chargement de 99% de la contrainte à rupture.

Concernant l'éprouvette saine, on retrouve logiquement un champ globalement homogène dans le cas de l'analyse numérique et un léger début de flambement dans les cas des mesures par corrélation d'images. Pour l'éprouvette impactée, la déformation atteint 2,2 % dans la zone de l'impact. Le calcul numérique montre que les champs autour de la zone impactée se déforment jusqu'à 0,90%. Sur le reste de l'éprouvette, les champs restent assez homogènes et ne se déforment que très peu. Nous remarquons

cependant, une différence de champs de déformation entre la cartographie obtenue par corrélation d'image (qui présente un début de flambement) et la cartographie obtenue numériquement. Ceci est dû au fait que le modèle de compression ne prend pas en compte de nombreux phénomènes spécifiques à ce type de sollicitation (flambement...).

Cette différence se retrouve également pour les trois autres séquences d'empilement. On voit donc que cette première approche, avec un modèle simplifié, ne permet pas d'obtenir une bonne concordance avec les valeurs expérimentales dans le cas du chargement en compression.

Ces résultats montrent qu'un modèle par éléments finis simple permet de retrouver globalement les rigidités et les champs de déformations en traction post-impact, mais qu'un modèle plus sophistiqué est nécessaire pour la compression post-impact.



## **Bilan de la partie 4**

Cette partie a permis d'étudier l'influence d'un impact de 3,6 J sur le comportement en traction et compression de quatre types de séquences d'empilement du composite lin/PA11 : unidirectionnel, alterné, sandwich et multidirectionnel.

Les propriétés initiales des composites ont été dans un premier temps établies grâce à des essais de traction et de compression. Il a été logiquement montré que le composite unidirectionnel possède les modules et contraintes à rupture les plus élevés. Des mesures d'émission acoustique ont permis de déterminer les scénarios d'endommagement de chaque séquence d'empilement.

Une autre série de composites a alors été impactée par tour de chute avec un impacteur à tête hémisphérique. Les grandeurs caractéristiques du comportement à l'impact ont été déterminées pour les quatre drapages. Les endommagements créés par l'impact ont ensuite été analysés par différentes techniques : observations visuelles, mesures topographiques, C-scan et micro-tomographie. Les résultats ont montré que les configurations qui s'endommagent le moins sont les drapages alterné et multidirectionnel.

Ces échantillons impactés ont ensuite été sollicités afin de déterminer leurs propriétés post-impact. Des essais de traction et de compression ont été réalisés sur cinq éprouvettes de chaque configuration. Les cartographies des déformations longitudinales ont été enregistrées par corrélation d'images et les endommagements ont été suivis par émission acoustique. Les résultats ont montré que, grâce à la présence des plis à  $\pm 45^\circ$ , le composite multidirectionnel présente les meilleures propriétés résiduelles en traction et compression post-impact.

Enfin, une première approche de modélisation numérique par éléments finis du comportement post-impact a été effectuée. Dans le modèle développé, chaque pli a un comportement orthotrope linéaire, et dans la zone de l'impact, les modules sont plus ou moins dégradés. Il a été montré qu'en dégradant les modules de façon proportionnelle aux endommagements créés par l'impact, on retrouve globalement les champs de déformation expérimentaux en traction pour les quatre drapages étudiés.



# Conclusion générale

Les industriels cherchent de plus en plus des alternatives afin de remplacer les matériaux composites conventionnels par des « éco-composites ». De nombreuses fibres synthétiques sont aujourd'hui sur le marché mais la richesse environnementale conduit à s'intéresser aux fibres naturelles. Il est également possible de trouver des alternatives aux résines issues des ressources pétrolières en élaborant des polymères à partir de ressources naturelles. Un composite 100% biosourcé à base de fibres de lin et de Polyamide 11 a ainsi été étudié dans cette thèse.

Une analyse bibliographique nous a tout d'abord permis de faire l'état de l'art sur les différents moyens de mise en œuvre qui peuvent être utilisés pour fabriquer les éco-composites. La technique de thermocompression a finalement été retenue pour cette thèse en raison de ses nombreux avantages. Toutefois, les différentes publications sur ce sujet montrent que les propriétés mécaniques finales des composites élaborés par cette méthode sont largement influencées par les paramètres de mise en œuvre choisis.

La première étape de ce travail de thèse a donc consisté à optimiser les paramètres du cycle de thermocompression utilisés pour fabriquer le composite lin/PA11. Les paramètres à optimiser étaient la température, le temps de maintien et la pression. Une analyse préliminaire du polymère PA11 seul, sous forme de poudre ou de film, a tout d'abord été réalisée, afin de définir les plages admissibles pour chaque paramètre lors de l'élaboration des composites. Les composites ont été fabriqués en alternant les couches de lin (lin A ou lin B) et de Polyamide 11 (sous forme de poudre ou de film). Ils ont ensuite été testés en traction, par DMA et par des mesures de taux de porosité. L'optimisation s'est effectuée en deux étapes. Un « premier set » de composites, élaborés à partir de lin A et de poudre de Polyamide 11, a permis d'optimiser les niveaux de température et de pression. Un « deuxième set » de composites a ensuite été étudié pour optimiser le choix des constituants. La configuration optimale a finalement été obtenue avec le lin B et le Polyamide 11 sous forme de film, élaborée avec une température de 210°C

et des paliers de pression de 25, 40 et 65 bars. Le composite ainsi optimisé possède un module d'Young de 35 GPa et une contrainte à la rupture de 174 MPa.

Une analyse des mécanismes d'endommagement de ce composite en traction a ensuite été réalisée à l'aide de la technique d'émission acoustique, associée à des observations par MEB. Cette analyse a permis d'identifier cinq mécanismes d'endommagement dans ce matériau : la classe 1 entre 40 et 50 dB a été associée à la rupture matricielle ; la classe 2, avec des plages d'amplitudes de 50 à 70 dB, à la décohésion fibre/matrice ; la classe 3, apparaissant entre 68 et 90 dB, au frottement des fibres avec la matrice lors du déchaussement ; la classe 4, qui intervient en fin d'essai et à haute amplitude (> 90dB), à la rupture de fibres ; et enfin la classe 5, présente uniquement dans le composite [ $\pm 45$ ], à du délaminage.

Ce travail de thèse s'est poursuivi avec l'étude de l'influence d'un impact de 3,6 J sur le comportement en traction et compression de quatre types de séquences d'empilement du composite lin/PA11 : unidirectionnel, alterné, sandwich et multidirectionnel. Les essais de traction et de compression avant impact ont été associés à des mesures par émission acoustique afin de suivre l'évolution des endommagements dans chaque séquence d'empilement. Une autre série de composites a ensuite été impactée par tour de chute avec un impacteur à tête hémisphérique. Les grandeurs caractéristiques du comportement à l'impact ont été déterminées pour les quatre drapages étudiés. Différentes techniques ont été utilisées pour analyser les endommagements créés par l'impact : des observations visuelles, des mesures topographiques, des C-scans par ultra-sons et de la micro-tomographie. Il a ainsi été possible de montrer que ce sont les configurations alternée et multidirectionnelle qui s'endommagent le moins. Les propriétés post-impact ont ensuite été déterminées par des essais de traction et de compression réalisés sur cinq éprouvettes impactées de chaque configuration. Les résultats ont montré que, grâce à la présence des plis à  $\pm 45^\circ$ , le composite multidirectionnel présente les meilleures propriétés résiduelles en traction et compression post-impact.

Enfin, une première approche de modélisation numérique par éléments finis du comportement post-impact a été effectuée. Chaque pli de composite lin/PA11 a été modélisé avec une loi de comportement

élastique orthotrope. Les paramètres de cette loi ont été déterminés en réalisant des essais de traction, de compression et de flexion sur trois drapages différents : [0], [90] et [ $\pm 45$ ]. Les éprouvettes de traction et de compression des composites avec les quatre types de séquence d'empilement étudiés ont ensuite été modélisées : unidirectionnel, alterné, sandwich et multidirectionnel. Les résultats obtenus ont montré qu'en dégradant les modules dans la zone de l'impact de façon proportionnelle aux endommagements créés par l'impact, on retrouve globalement les rigidités et les champs de déformation expérimentaux en traction pour les quatre drapages étudiés.

Le composite multidirectionnel développé dans cette thèse présente donc des propriétés prometteuses. Toutefois, avant de pouvoir envisager des applications industrielles pour ce composite, des études complémentaires seront nécessaires.

Il serait tout d'abord intéressant de balayer une large gamme d'énergie d'impact sur ce matériau, afin de mieux appréhender son comportement à l'impact. Il serait également intéressant d'étudier le comportement à l'impact de pièces de composite élaborées par thermocompression avec un moule de forme complexe (dôme, pyramide...). Enfin, étant donnée la grande sensibilité à l'humidité de ce type de composite à fibres végétales, il serait aussi intéressant d'étudier l'influence de l'environnement sur son comportement à l'impact. Pour cela, l'utilisation d'une tour de chute équipée d'une enceinte climatique permettrait de faire des essais dans des conditions pré-définies.

De plus, le développement d'un modèle par éléments finis plus sophistiqué, prenant en compte les endommagements réels créés par l'impact devra être réalisé pour pouvoir fournir un outil de prédiction des propriétés résiduelles post-impact en traction et en compression.





# Bibliographie

- Acha, B.A., Marcovich, N.E., Karger-Kocsis, J., 2006. Biodegradable jute cloth reinforced thermoplastic copolyester composites: fracture and failure behaviour. *Plast. Rubber Compos.* 35, 73–82.
- ADEME, 2005. Etude de marché des nouvelles utilisations des fibres végétales.
- Ahmad, F., Hong, J.W., Choi, H.S., Park, M.K., 2016. Hygro effects on the low-velocity impact behavior of unidirectional CFRP composite plates for aircraft applications. *Compos. Struct.* 135, 276–285.
- Ahmed, M.N., Kumar, P.V., Shivanand, H.K., Muzammil, S.B., 2013. A study on effect of variation of thickness on tensile properties of hybrid polymer composites ( Glass fibre-carbon fibre- graphite) and GFRP composites. *Int. J. Eng. Res. Appl.* 3, 2015–2024.
- Akil Hazizan, M., Cantwell, W.J., 2002. The low velocity impact response of foam-based sandwich structures. *Compos. Part B Eng.* 33, 193–204.
- Aktaş, A., Aktaş, M., Turan, F., 2013. The effect of stacking sequence on the impact and post-impact behavior of woven/knit fabric glass/epoxy hybrid composites. *Compos. Struct.* 103, 119–135.
- Albouy, W., Vieille, B., 2014. Determination of the damage threshold in woven-ply thermoplastic laminates at  $T > T_g$ : Acoustic emission and microscopic damage analysis. *Compos. Part B Eng.* 64, 138–146.
- Anuar, H., Ahmad, S.H., Rasid, R., Surip, S.N., Czigany, T., Romhany, G., 2007. Essential Work of Fracture and Acoustic Emission Study on TPNR Composites Reinforced by Kenaf Fiber. *J. Compos. Mater.* 41, 3035–3049.
- Atas, C., Sayman, O., 2008. An overall view on impact response of woven fabric composite plates. *Compos. Struct.* 82, 336–345.
- Aziz, S.H., Ansell, M.P., 2004. The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre composites: Part 1 – polyester resin matrix. *Compos. Sci. Technol.* 64, 1219–1230.
- Azwa, Z.N., Yousif, B.F., Manalo, A.C., Karunasena, W., 2013. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Mater. Des.* 47, 424–442.
- Baley, C., 2013. Fibres naturelles de pour matériaux composites. *Tech. l'ingénieur AM 5130*.
- Beg, M.D.H., Pickering, K.L., 2008. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polym. Degrad. Stab.* 93, 1939–1946.
- Bernard, M., Khalina, A., Ali, A., Janius, R., Faizal, M., Hasnah, K.S., Sanuddin, A.B., 2011. The effect of processing parameters on the mechanical properties of kenaf fibre plastic composite. *Mater. Des.* 32, 1039–1043.
- Boisot, G., 2009. Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du Polyamide 11 pur et renforcé choc. Thèse, Ecole des Mines de Paris.
- Boisot, G., Laiarinandrasana, L., Besson, J., Fond, C., Hochstetter, G., 2011. Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in polyamide 11. *Int. J. Solids Struct.* 48, 2642–2654.
- Bonnafous, C., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., 2009. Damage mechanisms in hemp-fibre woven

- fabric composites studied by acoustic emission, in: ICCM International Conference on Composite Materials, Edinburgh, Ecosse.
- Bos, H., 2004. The Potential of Flax Fibres as Reinforcement for Composite Materials. Thèse, Université d'Eindhoven.
- Bourban, P.-E., Carlsson, L., Mercier, J.-P., E.Manson, J.-A., 2004. Matériaux composites à matrice organique. Constituants, procédés, propriétés., Presses Po. ed.
- Bouvet, C., Castanié, B., Bizeul, M., Barrau, J.-J., 2009. Low velocity impact modelling in laminate composite panels with discrete interface elements. *Int. J. Solids Struct.* 46, 2809–2821.
- Bouzouita, S., 2011. Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel. Thèse, Ecole centrale de Lyon.
- Brahmia, N., 2007. Contribution à la modélisation de la cristallisation des polymères sous cisaillement : application à l'injection des polymères semi-cristallins. Thèse, INSA Lyon.
- Bravo, A., Toubal, L., Koffi, D., Erchiqui, F., 2013. Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission. *Int. J.* 3.
- Bull, D.J., Spearing, S.M., Sinclair, I., 2015. Investigation of the response to low velocity impact and quasi-static indentation loading of particle-toughened carbon-fibre composite materials. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 74, 38–46.
- Caprino, G., Carrino, L., Durante, M., Langella, A., Lopresto, V., 2015. Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites. *Compos. Struct.* 133, 892–901.
- Carmona, V., 2009. Étude de l'endommagement de matériaux composites par tomographie X et émission acoustique. Thèse, Institut National des Sciences appliquées de Lyon.
- Chaouki, H., 2011. Modélisation du comportement des composites thermoplastiques à renforts continus dans les procédés de mise en forme. Thèse, Université de Laval, Canada.
- Dang, P., Tence-Girault, S., 2007. Polyamide 11 and Polyamide 12 : So close but So different , Why PA11 is the best ! Document-Arkema.
- Darwiche, A., 2012. Microrhéomètre sur puce pour l'étude de l'écoulement d'un liquide proche d'une surface solide. Thèse, Université de Bordeaux I.
- De Rosa, I.M., Santulli, C., Sarasini, F., 2009. Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A literature review. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 40, 1456–1469.
- De Vasconcellos, D.S., Sarasini, F., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., Pucci, M., Santulli, C., Tirillò, J., Iannace, S., Sorrentino, L., 2014. Influence of low velocity impact on fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composites. *Compos. Part B Eng.* 66, 46–57.
- Destaing, F., 2012. Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés. Thèse, Université de Caen.
- Dhakal, H.N., Zhang, Z.Y., Bennett, N., Reis, P.N.B., 2012. Low-velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites: Influence of impactor geometry and impact velocity. *Compos. Struct.* 94, 2756–2763.
- Dhakal, H.N., Zhang, Z.Y., Richardson, M.O.W., Errajhi, O.A.Z., 2007. The low velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Compos. Struct.* 81, 559–567.
- Du, Y., Wu, T., Yan, N., Kortschot, M.T., Farnood, R., 2014. Fabrication and characterization of fully biodegradable natural fiber-reinforced poly(lactic acid) composites. *Compos. Part B Eng.* 56, 717–

- El-hadi, A., Schnabel, R., Straube, E., Mu, G., 2002. Correlation between degree of crystallinity , morphology , glass temperature , mechanical properties and biodegradation of poly ( 3-hydroxyalkanoate ) PHAs and their blends. *Polym. Test.* 21, 665–674.
- Elouaer, A., 2011. Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales. Thèse, Université de Reims Champagne-Ardenne.
- Elouaer, A., Aboura, Z., Ayad, R., Benzeggagh, H.S.M.L., 2009. Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibres végétales. *Comptes Rendus des JNC 16*, Toulouse, Fr.
- Evci, C., 2015. Thickness-dependent energy dissipation characteristics of laminated composites subjected to low velocity impact. *Compos. Struct.* 133, 508–521.
- Gaudefroy, V., Chocinski, L., Gacougnolle, J.L., Rivière, A., 2002. Influence de la phase smectique sur le comportement mécanique en traction uniaxiale du polyamide 11, in: *Matériaux*, Tours, France.
- Gay, D., 1997. *Matériaux composites*, Editions H. ed.
- George, G., Joseph, K., Nagarajan, E.R., Tomlal Jose, E., Skrifvars, M., 2013. Thermal, calorimetric and crystallisation behaviour of polypropylene/jute yarn bio-composites fabricated by commingling technique. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 48, 110–120.
- Gobi Kannan, T., Wu, C.M., Cheng, K.B., 2012. Effect of different knitted structure on the mechanical properties and damage behavior of Flax/PLA (Poly Lactic acid) double covered uncommingled yarn composites. *Compos. Part B Eng.* 43, 2836–2842.
- González, E. V., Maimì, P., Camanho, P.P., Lopes, C.S., Blanco, N., 2011. Effects of ply clustering in laminated composite plates under low-velocity impact loading. *Compos. Sci. Technol.* 71, 805–817.
- Graupner, N., Herrmann, A.S., Müssig, J., 2009. Natural and man-made cellulose fibre-reinforced poly(lactic acid) (PLA) composites: An overview about mechanical characteristics and application areas. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 40, 810–821.
- Hamdi, S.E., 2012. Contribution au traitement du signal pour le contrôle de santé in situ de structures composites : Application au suivi de température et à l'analyse des signaux d'émission acoustique. Thèse, Université du Maine.
- Hamdi, S.E., El Guerjouma, R., Ben Ghazlen, M.H., 2009. Analyse des mécanismes d'endommagement par émission acoustique des matériaux composites utilisant la méthode de l'implant piézo-électrique, in: *5th International Conference: Sciences of Electronic, Technologies of Information and Telecommunications*, Hammamet, Tunisie.
- Hassar, M., 2013. Influence des nano-charges de noir de carbone sur le comportement mécanique de matériaux composites : application au blindage électromagnétique. Thèse, Université Technologique de Compiègne.
- Herrera-Franco, P., Valadez-González, A., 2004. Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 35, 339–345.
- Hitchen, S. a., Kemp, R.M.J., 1995. The effect of stacking sequence on impact damage in a carbon fibre/epoxy composite. *Composites* 26, 207–214.
- Hong, C.K., Kim, N., Kang, S.L., Nah, C., Lee, Y.-S., Cho, B.-H., Ahn, J.-H., 2008. Mechanical properties of maleic anhydride treated jute fibre/polypropylene composites. *Plast. Rubber Compos.* 37, 325–330.
- Huang, G., Liu, L., 2008. Research on properties of thermoplastic composites reinforced by flax fabrics.

- Mater. Des. 29, 1075–1079.
- Hufenbach, W., Gude, M., Ebert, C., Zscheyge, M., Hornig, A., 2011. Strain rate dependent low velocity impact response of layerwise 3D-reinforced composite structures. *Int. J. Impact Eng.* 38, 358–368.
- Huguet, S., 2002. Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. Thèse, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Jia, W., Gong, R.H., Hogg, P.J., 2014. Poly (lactic acid) fibre reinforced biodegradable composites. *Compos. Part B Eng.* 62, 104–112.
- Karakuzu, R., Erbil, E., Aktas, M., 2010. Impact characterization of glass/epoxy composite plates: An experimental and numerical study. *Compos. Part B Eng.* 41, 388–395.
- Kiran, G.B., Suman, K.N.S., Rao, N.M., Rao, R.U.M., 2011. A study on the influence of hot press forming process parameters on mechanical properties of green composites using Taguchi experimental design. *Int. J. Eng. Sci. Technol.* 3, 253–263.
- Kobayashi, S., Takada, K., 2013. Processing of unidirectional hemp fiber reinforced composites with micro-braiding technique. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 46, 173–179.
- Kumar Thakur, V., 2014. Green composites from natural resources, CRC Press. ed.
- Lachaud, F., 2011. Contribution à l'analyse multi échelle du comportement mécanique non linéaire matériau des structures composites. Contrib. à l'analyse multi échelle du Comport. mécanique non linéaire matériau des Struct. Compos. HDR, Université de Toulouse.
- Lebaupin, Y., Chauvin, M., Hoang, T.-Q.T., Touchard, F., Beigbeder, A., 2016. Influence of constituents and process parameters on mechanical properties of flax fibre-reinforced polyamide 11 composite. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* *Accept.*
- Lepiller, F., Framezelle, G., 2011. Les matériaux composites carbonés. *Soudage Tech. connexes* 65, 31–41.
- Liang, S., 2012. Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés. Thèse, Université de Bourgogne.
- Liang, S., Guillaumat, L., Gning, P.B., 2015. Impact behaviour of flax/epoxy composite plates. *Int. J. Impact Eng.* 80, 56–64.
- Liu, P.F., Chu, J.K., Liu, Y.L., Zheng, J.Y., 2012. A study on the failure mechanisms of carbon fiber/epoxy composite laminates using acoustic emission. *Mater. Des.* 37, 228–235.
- Lopes, C.S., Sadaba, S., Gonzalez, C., LLorca, J., Camanho, P.P., 2015. Physically-sound simulation of low-velocity impact on fiber reinforced laminates. *Int. J. Impact Eng.* 92, 3–17.
- Ma, H., Li, Y., Shen, Y., Xie, L., Wang, D., 2016. Effect of linear density and yarn structure on the mechanical properties of ramie fiber yarn reinforced composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*
- Madsen, B., Hoffmeyer, P., Lilholt, H., 2012. Hemp yarn reinforced composites – III. Moisture content and dimensional changes. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 43, 2151–2160.
- Madsen, B., Lilholt, H., 2003. Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites—an evaluation of the influence of porosity. *Compos. Sci. Technol.* 63, 1265–1272.
- Madsen, B., Thygesen, A., Lilholt, H., 2007. Plant fibre composites – porosity and volumetric interaction. *Compos. Sci. Technol.* 67, 1584–1600.
- Majewski, C., Zarringhalam, H., Hopkinson, N., 2008. Effect of the degree of particle melt on mechanical properties in selective laser-sintered Nylon-12 parts. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J.*

Eng. Manuf. 222, 1055–1064.

- Marina, F., Toufic, W., Gilles, D., Lionel, A., Sebastien, S., 2007. Stéréo-corrélation d'image: Application aux vibrations d'une paroi mince en usinage, in: Colloque Méthodes et Techniques Optiques Pour L'industrie. Arcachon, pp. 70–82.
- Medina, L., Schledjewski, R., Schlarb, A.K., 2009. Process related mechanical properties of press molded natural fiber reinforced polymers. *Compos. Sci. Technol.* 69, 1404–1411.
- Mei, H., Yu, C., Xu, H., Cheng, L., 2016. The effects of stitched density on low-velocity impact damage of cross-woven carbon fiber reinforced silicon carbide composites. *Ceram. Int.* 42, 1762–1768.
- Miao, M., Shan, M., 2011. Highly aligned flax/polypropylene nonwoven preforms for thermoplastic composites. *Compos. Sci. Technol.* 71, 1713–1718.
- Michaud, V., Tornqvist, R., Manson, J.-A.E., 2001. Impregnation of Compressible Fiber Mats with a Thermoplastic Resin. Part II: Experiments. *J. Compos. Mater.*
- Mieck, K.-P., Lützkendorf, R., Reussman, T., 1996. Needle-punched hybrid nonwovens of flax and PP fibers-Textile semiproducts for manufacturing of fiber composites. *Polym. Compos.* 17, 873–878.
- Moevus, M., Godin, N., Mili, M.R., Reynaud, P., Fantozzi, G., 2009. Identification de la signature acoustique des différents mécanismes sources lors d'essais de fatigue sur CMC : Application de classificateur supervisée et non supervisée, in: Journées Nationales Du Composite, Toulouse, France.
- Nassiopoulos, E., Njuguna, J., 2015. Thermo-mechanical performance of poly(lactic acid)/flax fibre-reinforced biocomposites. *Mater. Des.* 66, 473–485.
- Norme ASTM D3410-3, 2008. Standard Test Method for Compressive Properties of Polymer Matrix Composite Materials with Unsupported Gage Section by Shear Loading.
- Norme ASTM D7137-7, 2007. Boeing compression after impact compression test fixture.
- Norme ISO 14130, 1997. Composites plastiques renforcés de fibres - Détermination de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent par essai de flexion sur appuis rapprochés.
- Norme ISO 527-4, 1997. Plastiques - Détermination des propriétés en traction - Partie 4: Conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres isotropes et orthotropes.
- Norme ISO 6603-2, 2000. Plastiques - Détermination du comportement des plastiques rigides perforés sous l'effet d'un choc - Partie 2: Essais de choc instrumentés.
- Ochi, S., 2008. Mechanical properties of kenaf fibers and kenaf/PLA composites. *Mech. Mater.* 40, 446–452.
- Ouagne, P., Bizet, L., Baley, C., 2010. Analysis of the film stacking processing parameters for PLLA / flax fibre biocomposites 10, 1201–1215.
- Petrucchi, R., Santulli, C., Puglia, D., Nisini, E., Sarasini, F., Tirillò, J., Torre, L., Minak, G., Kenny, J.M., 2015. Impact and post-impact damage characterisation of hybrid composite laminates based on basalt fibres in combination with flax, hemp and glass fibres manufactured by vacuum infusion. *Compos. Part B Eng.* 69, 507–515.
- Plackett, D., Løgstrup Andersen, T., Batsberg Pedersen, W., Nielsen, L., 2003. Biodegradable composites based on l-poly lactide and jute fibres. *Compos. Sci. Technol.* 63, 1287–1296.
- Poilâne, C., Vivet, A., Momayez, L., Ben Doudou, Ayachi, M., Chen, J., 2009. Propriétés mécaniques de pré-imprégnés lin/epoxy, in: Journées Nationales Du Composite.
- Porrás, A., Marañón, A., 2012. Development and characterization of a laminate composite material from polylactic acid (PLA) and woven bamboo fabric. *Compos. Part B Eng.* 43, 2782–2788.

- Quaresimin, M., Ricotta, M., Martello, L., Mian, S., 2013. Energy absorption in composite laminates under impact loading. *Compos. Part B Eng.* 44, 133–140.
- Rajaneesh, A., Sridhar, I., Rajendran, S., 2014. Relative performance of metal and polymeric foam sandwich plates under low velocity impact. *Int. J. Impact Eng.* 65, 126–136.
- Ramakrishnan, K.R., Corn, S., Le Moigne, N., Slangen, P., Ienny, P., Léger, R., Bergeret, A., 2016. An experimental and numerical study of the impact resistance of flax fibre reinforced composite laminates, in: *Dynecocomp, Poitiers*.
- Rassmann, S., Reid, R.G., Paskaramoorthy, R., 2010. Effects of processing conditions on the mechanical and water absorption properties of resin transfer moulded kenaf fibre reinforced polyester composite laminates. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 41, 1612–1619.
- Regazzi, A., Corn, S., Ienny, P., Bénézet, J.-C., Bergeret, A., 2016. Reversible and irreversible changes in physical and mechanical properties of biocomposites during hydrothermal aging. *Ind. Crops Prod.* 84, 358–365.
- Reis, P.N.B., Ferreira, J.A.M., Santos, P., Richardson, M.O.W., Santos, J.B., 2012. Impact response of Kevlar composites with filled epoxy matrix. *Compos. Struct.* 94, 3520–3528.
- Réseau Action Climat France, 2011. Règlements européenne sur les émissions de CO<sub>2</sub> des véhicules particuliers.
- Romhany, C., Karger-Kocsis, J., Czigany, T., 2003. Tensile Fracture and Failure Behavior of Technical. *J. Appl. Polym. Sci.* 90, 3638–3645.
- Saba, N., Jawaid, M., Alothman, O.Y., Paridah, M.T., 2016. A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Constr. Build. Mater.* 106, 149–159.
- Salleh, Z., Hyie, K.M., Berhan, M.N., Taib, Y.M.D., Latip, E.N. a., Kalam, A., 2014. Residual Tensile Stress of Kenaf Polyester and Kenaf Hybrid under Post Impact and Open Hole Tensile. *Procedia Technol.* 15, 857–862.
- Santulli, C., 2001. Post-impact damage characterisation on natural ® bre reinforced composites using acoustic emission. *Manuf. Eng.* 34, 531–536.
- Scarponi, C., Sarasini, F., Tirillò, J., Lampani, L., Valente, T., Gaudenzi, P., 2016. Low-velocity impact behaviour of hemp fibre reinforced bio-based epoxy laminates. *Compos. Part B Eng.* 91, 162–168.
- Singleton, a. C.N., Baillie, C. a., Beaumont, P.W.R., Peijs, T., 2003. On the mechanical properties, deformation and fracture of a natural fibre/recycled polymer composite. *Compos. Part B Eng.* 34, 519–526.
- Slitcher, W., 1959. Molecular motion in polyamides. *J. Polym. Sci.* 35, 77–92.
- Suresh Kumar, C., Arumugam, V., Dhakal, H.N., John, R., 2015. Effect of temperature and hybridisation on the low velocity impact behavior of hemp-basalt/epoxy composites. *Compos. Struct.* 125, 407–416.
- Szabo, J.S., Kocsis, Z., Czigany, T., 2004. Mechanical properties of basalt fibre reinforced PP/PA blends. *Period. Polytech. Ser. Mech. Eng* 48, 119–132.
- Takagi, H., Asano, A., 2008. Effects of processing conditions on flexural properties of cellulose nanofiber reinforced “green” composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 39, 685–689.
- Teyssandier, F., 2011. Formulation et morphologies de mélanges de polymères thermoplastiques à base d’amidon. Thèse, INSA Lyon.
- Thomas, C., 2011. Etude des mécanismes d’endommagement des composites fibres de carbone/matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de

- type IV. Thèse, Ecole nationale supérieure des mines de paris.
- Van de Velde, K., Kiekens, P., 2003a. Effect of material and process parameters on the mechanical properties of unidirectional and multidirectional flax/polypropylene composites. *Compos. Struct.* 62, 443–448.
- Van de Velde, K., Kiekens, P., 2003b. Effect of flax/PP Panel process parameters on resulting composite properties. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* 16, 413–431.
- Vieille, B., Casado, V.M., Bouvet, C., 2014. Influence of matrix toughness and ductility on the compression-after-impact behavior of woven-ply thermoplastic- and thermosetting-composites: A comparative study. *Compos. Struct.* 110, 207–218.
- Vieille, B., Casado, V.M., Bouvet, C., 2013. About the impact behavior of woven-ply carbon fiber-reinforced thermoplastic- and thermosetting-composites: A comparative study. *Compos. Struct.* 101, 9–21.
- Wakeman, M.D., Cain, T. a., Rudd, C.D., Brooks, R., Long, A.C., 1999. Compression moulding of glass and polypropylene composites for optimised macro- and micro-mechanical properties II. Glass-mat-reinforced thermoplastics. *Compos. Sci. Technol.* 59, 709–726.
- Wang, B., Wu, L.-Z., Ma, L., Feng, J.-C., 2011. Low-velocity impact characteristics and residual tensile strength of carbon fiber composite lattice core sandwich structures. *Compos. Part B Eng.* 42, 891–897.
- Wu, T.-L., Chien, Y.-C., Chen, T.-Y., Wu, J.-H., 2013. The influence of hot-press temperature and cooling rate on thermal and physicommechanical properties of bamboo particle-polylactic acid composites. *Holzforschung* 67.
- Yan, H., Oskay, C., Krishnan, A., Xu, L.R., 2010. Compression-after-impact response of woven fiber-reinforced composites. *Compos. Sci. Technol.* 70, 2128–2136.
- Ziad, Y., 2009. Etude thermodynamique de la formation d’hydrates en absence d’eau liquide : mesures et modélisation. Thèse, Université Claude Bernard-Lyon 1.





## Résumé

Cette étude porte sur le comportement à l'impact et post-impact d'un composite 100% biosourcé, à fibres de lin et à matrice Polyamide 11. Une première étape a consisté à optimiser les paramètres de mise en œuvre par thermocompression de ce composite. Deux types de tissus unidirectionnels de lin (A et B) ont été testés, ainsi que deux conditionnements de la résine PA11 : sous forme de film ou de poudre. Tout d'abord, les niveaux de température et de pression ont été optimisés sur un « premier set » de composites, élaborés à partir de lin A et de poudre de Polyamide 11. Ensuite, un « deuxième set » de composites a été étudié pour optimiser le choix des constituants. L'ensemble des composites fabriqués a été testé en traction, par DMA et par des mesures de taux de porosité. Il a été montré que la configuration optimale était obtenue avec le lin B et le Polyamide 11 sous forme de film, élaborée avec une température de 210°C et des paliers de pression de 25, 40 et 65 bars. Une analyse des endommagements créés en traction dans ce composite a été réalisée en couplant des observations par MEB et des enregistrements par émission acoustique. Il a ainsi été possible d'identifier quatre classes d'endommagement dans les composites  $[0]_4$  et  $[90]_4$ , et cinq classes dans les composites  $[\pm 45]_s$ . Chacune de ces classes a été associée à une forme d'onde acoustique et à un type d'endommagement observé. La deuxième partie de ce travail a consisté à étudier l'influence d'un impact de 3,6J sur le comportement en traction et en compression de quatre séquences d'empilement : unidirectionnel  $[0]_8$ , alterné  $[0/90]_{2s}$ , sandwich  $[0_2/90_2]_s$  et multidirectionnel  $[45/0/-45/90]_s$ . Les grandeurs caractéristiques du comportement à l'impact ont tout d'abord été déterminées pour les quatre drapages. Les endommagements créés par l'impact ont été analysés par différentes techniques : observations visuelles, mesures topographiques, C-scan par ultrasons, et micro-tomographie. Les résultats ont montré que les configurations qui s'endommagent le moins à l'impact sont les drapages alterné et multidirectionnel. Les échantillons impactés ont ensuite été sollicités pour déterminer leurs propriétés post-impact, et les comparer aux résultats obtenus sur éprouvettes saines. Des essais de traction et de compression ont été réalisés sur cinq éprouvettes de chaque configuration. Lors de ces essais, les endommagements ont été suivis par émission acoustique, et les champs de déformation ont été mesurés par corrélation d'images. Les résultats ont montré que, grâce à la présence des plis à  $\pm 45^\circ$ , le composite multidirectionnel présente les meilleures propriétés résiduelles. Enfin, un modèle post-impact a été mis en place, permettant, dans une première approche, en appliquant un module dégradé dans la zone impactée, de retrouver globalement les champs de déformations expérimentaux mesurés sur les différents drapages.

## Abstract

This PhD work deals with the impact and post-impact behavior of a fully bio-based composite made of flax fibres and Polyamide 11. The first goal was to optimize the hot press moulding parameters for manufacturing this composite. Two types of unidirectional flax fabrics (A and B) and two forms of Polyamide 11 (powder or film) were tested. At first, the pressure and temperature process values were optimized using a first set of composites made of flax A and Polyamide 11 in the form of powder. Then, an optimization of material components was conducted using a second set of composites. All the manufactured composites were tested by means of tensile tests, DMA and porosity measurements. Finally, an optimum configuration was determined: the composite flax B/PA 11 film manufactured with a temperature value of 210 °C and with gradual levels of pressure until 65 bars. Moreover, damage mechanisms were evaluated by acoustic emission and SEM observations during tensile tests. Four mechanisms were identified for the  $[0]_4$  and  $[90]_4$  composites and five for  $[\pm 45]_s$  composites. The second goal of this study was to study the effect of an impact of 3.6 J on the compression and tensile behaviors of four stacking sequences of this composite: unidirectional  $[0]_8$ , alternated  $[0/90]_{2s}$ , sandwich  $[0_2/90_2]_s$  and multidirectional  $[45/0/-45/90]_s$ . The damage created by the impact in these four lay-ups was characterized thanks to different techniques: visual observations, topographic and C-scan measurements, and micro-tomography. It has been shown that the configurations with the smallest damage were the alternated and multidirectional composites. Then, impacted composites were tested by tensile and compressive loadings, and results were compared with the properties of non-impacted composites. Acoustic emission and digital image correlation were used to identify the damage and strain mechanisms of each type of composites. The results showed that, thanks to the presence of the  $\pm 45^\circ$  plies, the multidirectional composite has the best post-impact behavior. Finally, a finite element model has been developed for simulating the post-impact behavior. As a first approach, a lower value of modulus has been implemented in the impacted area. It has allowed us to compare numerical and experimental strain fields for the different stacking sequences.