



**HAL**  
open science

# Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin : mise en oeuvre et caractérisation mécanique

Eric Tossou

► **To cite this version:**

Eric Tossou. Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin : mise en oeuvre et caractérisation mécanique. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Normandie Université, 2019. Français. NNT : 2019NORMC209 . tel-02310689

**HAL Id: tel-02310689**

**<https://theses.hal.science/tel-02310689>**

Submitted on 10 Oct 2019

**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.



Normandie Université

## THÈSE

**Pour obtenir le diplôme de doctorat**

**Spécialité MECANIQUE DES SOLIDES, GENIE MECANIQUE, PRODUCTIQUE,  
TRANSPORT ET GENIE CIVIL**

**Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie**

**Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par  
des fibres de carbone et de lin : Mise en oeuvre et Caractérisation  
mécanique**

**Présentée et soutenue par  
Eric TOSSOU**

**Thèse soutenue publiquement le 11/06/2019  
devant le jury composé de**

M. SÉBASTIEN COMAS-CARDONA	Professeur des universités, École Centrale de Nantes	Rapporteur du jury
M. FREDERIC THIEBAUD	Professeur des universités, Université de Franche-Comté	Rapporteur du jury
M. JOEL BREARD	Professeur des universités, Université Le Havre Normandie	Membre du jury
Mme EMMANUELLE VIDAL-SALLE	Professeur des universités, INSA Lyon	Président du jury
M. BENOIT VIEILLE	Maître de conférences HDR, INSA de Rouen Normandie	Membre du jury
M. ALEXANDRE VIVET	Maître de conférences HDR, Université Caen Normandie	Directeur de thèse

**Thèse dirigée par ALEXANDRE VIVET, Centre de recherche sur les ions, les  
matériaux et la photonique (Caen)**



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE





# Résumé

L'objectif de cette thèse est, d'une part, l'optimisation de la mise en œuvre des matériaux composites à travers l'étude du comportement des renforts secs en compaction et, d'autre part, le développement et la caractérisation de matériaux composites stratifiés hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin.

Durant la mise en œuvre de ces composites, les renforts sont soumis à un phénomène appelé compaction transverse. La compréhension de ce mécanisme est importante pour l'amélioration de la mise en œuvre. La connaissance de la capacité de compaction des renforts secs sert également à la prédiction du taux de fibres ainsi que de l'épaisseur de la pièce composite finale. Des essais de compaction réalisés sur douze renforts présentant de différentes solutions techniques ont montré que la capacité de compaction d'un renfort sec est influencée par plusieurs facteurs. Les résultats obtenus de ce travail portant essentiellement sur les renforts à fibres naturelles (lin) ont montré que ces types de renforts se compactent moins bien que les renforts à fibres synthétiques (carbone, verre). Ainsi, pour pouvoir améliorer la capacité de compaction de ces renforts naturels, il faut choisir ceux dont le grammage est important, ceux dont les mèches sont en fibre et non en fil, ceux qui sont unidirectionnels (ou quasi UD) plutôt que des tissés ou des bi-biais. De plus, il faut privilégier les séquences à plusieurs plis aux séquences mono-plies.

Face à un fort besoin d'allègement des structures, les matériaux composites sont de plus en plus recherchés dans le secteur industriel notamment dans le domaine des transports. Cependant, les matériaux composites comme tout autre matériau, en plus d'être mécaniquement performant, doivent remplir d'autres fonctions comme l'amortissement de chocs et de vibrations pour une bonne tenue en service. Pour remplir cette double exigence, une des solutions est d'utiliser la technique d'hybridation qui consiste à utiliser au sein d'un même composite des fibres naturelles et synthétiques à la fois afin d'exploiter leurs atouts respectifs. Respectivement en raison de leur rigidité et de leur pouvoir amortissant, les fibres de carbone et de lin ont été choisies dans le cadre de cette thèse. La caractérisation des plaques stratifiées fabriquées en infusion de résine montre que le composite carbone a de meilleures propriétés mécaniques et microstructurales tandis que le composite lin propose des propriétés amortissantes très intéressantes. Les résultats montrent que l'hybridation du lin avec du carbone permet d'améliorer considérablement les faibles propriétés mécaniques du composite lin et les mauvaises propriétés amortissantes du composite carbone. La séquence d'empilement des couches a une influence significative sur le comportement et les propriétés des stratifiés hybrides. Nos résultats ont montré que pour avoir une meilleure microstructure les couches de carbone doivent être disposées à l'extérieur. Cette façon d'hybrider permet également d'obtenir de meilleures propriétés en flexion et en choc. En revanche, lorsque les couches de lin sont placées à l'extérieur, le composite hybride a une meilleure capacité d'amortissement. Cette séquence d'empilement garantit aussi une meilleure résistance en indentation. Ainsi, la séquence d'empilement hybride à choisir dépendra du besoin que l'on cherche à satisfaire.

Enfin, grâce à une analyse basée sur la théorie classique des stratifiés, il a été démontré dans cette thèse qu'on peut dimensionner des composites stratifiés hybrides malgré que les couches constitutives soient de différente nature avec des propriétés dissemblables.

**Mots-clés** : composite, hybride, carbone, lin, compaction, mise en œuvre, propriétés mécaniques, amortissement.





# Abstract

The goal of this thesis is, on the one hand, the optimization of the manufacturing of composite materials through the study of the behavior of dry fibrous reinforcements in compaction and, on the other hand, the development and characterization of hybrid composite laminates reinforced with carbon and flax fibers.

During the manufacturing process of these composites, the reinforcements are subjected to a phenomenon called transverse compaction. Understanding this mechanism is important for improving the manufacturing process. Knowledge of the compaction capacity of the dry reinforcements also serves to predict the fiber content as well as the thickness of the final composite part. Compaction tests carried out on twelve reinforcements presenting different technical solutions have shown that the compaction capacity of a dry reinforcement is influenced by several factors. The results obtained from this work, which focuses on natural fiber reinforcements (flax), have shown that these types of reinforcement are less compactable than synthetic fiber reinforcements (carbon, glass). Thus, to be able to improve the compaction capacity of these natural reinforcements, it is necessary to choose those whose area density is important, those whose tows are in fiber not in yarn, those which are unidirectional (or quasi UD) rather than woven or bi-bias. In addition, it is necessary to choose a multi-ply sequence rather than single-ply sequence.

Faced with a strong need for lightening structures, composite materials are increasingly sought in the industrial sector, particularly in the transport sector. However, composite materials like any other material, in addition to being mechanically efficient, must perform other functions such as damping shock and vibration for good performance in service. To meet this double requirement, one of the solutions is to use the hybridization technique which consists in using within the same composite natural and synthetic fibers at the same time in order to exploit their respective advantages. Respectively because of their rigidity and their damping capacity, the carbon and flax fibers were chosen in the context of this thesis. The characterization of the laminate composite plates manufactured with resin infusion process shows that the carbon composite has better mechanical and microstructural properties while the flax composite offers very interesting damping properties. The results show that hybridization of flax with carbon considerably improves the low mechanical properties of the flax composite and the poor damping properties of the carbon composite. The stacking sequence of layers has a significant influence on the behavior and properties of the hybrid laminates. Our results showed that to have a better microstructure the carbon layers must be put outside. This way of hybridizing also makes it possible to obtain better properties in flexion and shock. By contrast, when the flax layers are placed outside, the hybrid composite has a better damping capacity. This stacking sequence also guarantees a better indentation strength. Thus, the hybrid stacking sequence to choose will depend on the need that is sought to meet.

Finally, thanks to an analysis based on classical laminate theory, it has been demonstrated in this thesis that hybrid composite laminates can be dimensioned despite the fact that the constituent layers are of different types with dissimilar properties.

**Keywords** : composite, hybrid, carbon, flax, compaction, manufacturing process, mechanical properties, damping properties.



# Remerciements

Cette thèse s'est déroulée dans l'antenne Alençonnaise du laboratoire CIMAP<sup>1</sup> commun entre le CEA, le CNRS, l'ENSICAEN et l'Université de Caen Normandie. Je tiens à remercier le directeur du laboratoire pour m'avoir accueilli dans son laboratoire. Les travaux ont notamment été réalisés au sein de l'équipe PM2E<sup>2</sup> de l'Institut Universitaire de Technologie d'Alençon. Je remercie Monsieur Jun CHEN, directeur de l'IUT pour son chaleureux accueil. Je remercie toutes les personnes qui ont contribué au bon déroulement de ce projet.

Je voudrais remercier Monsieur Sébastien COMAS-CARDONA, Professeur à l'École Centrale de Nantes et Monsieur Frédéric THIEBAUD, Professeur à l'Université de Besançon pour avoir accepté la lourde tâche d'être rapporteurs de mes travaux. Un énorme merci à eux pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux de recherche et pour avoir étudié minutieusement mon manuscrit.

Je remercie vivement Madame Emmanuelle VIDAL-SALLE, Professeur à l'Institut National des Sciences Appliquées (INSA) de Lyon, Monsieur Benoît VIEILLE, Maître de conférences HDR à l'INSA de Rouen et Monsieur Joël BREARD, Professeur à l'Université du Havre pour m'avoir fait l'honneur de participer à mon jury de thèse.

Comme tout projet, en dehors de l'aspect technique, l'aspect humain a été déterminant dans la réussite de cette thèse. Cette aventure doctorale m'a permis de rencontrer beaucoup de gens qui, ont d'une manière ou d'une autre contribué à la rendre magnifique. J'aimerais ici prendre le temps de leur dire merci.

D'entrée de jeu, j'aimerais remercier mon directeur de thèse, Alexandre VIVET. Je le remercie pour m'avoir confié ce projet de thèse. Je le remercie pour sa disponibilité à chaque fois que j'avais besoin de lui. Il a toujours su trouver du temps pour répondre à mes questions avec beaucoup d'entrain. Je le remercie pour sa patience ; il a été si patient avec moi et me laissait toujours le temps nécessaire à la réalisation des travaux. Je le remercie de m'avoir laissé autonome et responsable sur la quasi-totalité du travail ; ceci m'a énormément rendu service. Je le remercie pour sa rigueur scientifique et le regard critique qu'il portait à mes travaux lors de nos réunions. Je le remercie pour ses encouragements. Il a su me guider comme il fallait pendant ces trois années de thèse. Je le remercie pour ses précieux conseils. Je le remercie pour les nombreuses discussions qu'il a eues avec moi en fin de thèse par rapport à mon avenir. Alex, j'ai beaucoup appris avec toi, je ne te remercierai jamais assez !

Je tiens à dire merci à tous les membres du labo avec qui j'ai partagé mes trois années de thèse. Je vous remercie pour nos échanges, votre disponibilité et vos suggestions. Vos questions et remarques m'ont permis de prendre du recul par rapport à plusieurs aspects de mes travaux. Les discussions que j'ai eues avec vous ont dans une large mesure contribué à la réussite de cette aventure. Christophe POILANE (merci de m'avoir incité à apprendre *latex*), Olivier MARESCALL (tu as sauvé mes essais), Viwanou

---

1. Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique, Unité Mixte de Recherche (UMR6252)

2. Propriétés des Matériaux pour les Économies d'Énergie

---

HOUNKPATI, Florian GEHRING, Jun CHEN, je vous dis merci. Merci à tonton Régis QUERCIOLO pour les échanges, pour sa bonne humeur et ses blagues. Meriem, Marwa, Ranim, Hao Miao, Amrane (mon duo *infuseur*), Alphonse, Rofka, Amel, Franck, Swann, Mike, merci à vous.

Les viennoiseries « de la salle du fond » vont me manquer ! Les séminaires de vendredi aprem aussi ! J'aimerais également remercier les membres du laboratoire qui sont à Caen, en particulier Pierre RUTERANA pour toutes les aides qu'il a pu m'apporter.

Je tiens à remercier Pierre-Jacques LIOTIER de l'École des Mines de Saint-Étienne pour ses précieux conseils sur l'infusion.

Merci aux doctorants du Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans pour m'avoir aidé à réaliser avec succès mes essais de vibrations.

Merci aux stagiaires Thibaut SIMON, Matthieu LEMONNIER et Amélie SEGERS pour m'avoir aidé à travailler sur certains aspects de ma thèse.

J'ai eu la chance de donner des cours durant mes trois années de thèse. Je dis merci à tous les étudiants du département Génie Mécanique et Productique (GMP) avec qui j'ai partagé mes connaissances en sciences des matériaux et dimensionnement de structures. Merci à mon directeur de thèse de m'avoir permis de donner ces cours. Cette expérience a été une de mes meilleures !

Je tiens à remercier tout le personnel de l'IUT d'Alençon notamment les enseignants, les secrétaires et les techniciens pour tous les services rendus et pour avoir fait en sorte que cette aventure humaine soit fort agréable. Un merci spécial à Quentin et à Fabrice qui n'hésitaient pas à m'aider à chaque fois que je les sollicitais pour des ennuis informatiques.

J'aimerais vous remercier Professeurs Sonnou TIEM et François GBEASSOR pour le rôle que vous avez joué dans mon histoire. Sans vous, mon parcours aurait été sans doute différent.

J'adresse mes sincères remerciements à tous mes professeurs d'école qui m'ont tenu la main depuis la porte d'entrée de l'école primaire jusqu'à la porte de sortie de l'université. Je suis tout simplement le résultat de vos immenses efforts.

Merci à toi Emmanuel, le grand frère, l'ami de tous les jours. Merci pour toutes ces discussions riches et constructives, et pour tous les moments partagés. Tu m'as énormément aidé durant mon séjour à Alençon. Merci à toi Franck pour tous les moments que nous avons pu passer ensemble dans notre fameux domaine de Perseigne :-)

Je ne pourrais oublier toutes ces personnes que j'ai pu croiser sur ma route et dont le soutien a énormément compté. Merci aux gars de Metz Technopole à l'époque : Francis, Yoyo, Lumen, Philippe, Mouba, Olaf, Gil. Francis infini merci à toi, toi-même tu sais.

Merci à Boto, Eli, Veve, Michel, Franck, Gildas, Diki, Maxime, Joseph, Jacques, Hervé, David, Bernardin.

Les amis de l'ENI Metz, de l'ENSI, du lycée Lomé-Port (surtout mes gars de la légendaire Terminale C), du collège Adodo, les moments passés avec vous sont inoubliables. Je vous en remercie !

Merci à mes gars, my adventure fellows. Lolo, Fola, Fred et Sita, *Milédou!*

---

Merci à tous mes amis d'ici et d'ailleurs.

Léo, Mrs LNA, merci pour ta présence, ton attention et ton soutien. Aucun mot n'est assez fort pour te dire merci !

Enfin, j'aimerais dire merci à ma famille pour leur soutien sans faille et leurs encouragements tout au long de mon parcours scolaire. Merci à toi *Papa*, merci à toi *Dada*, je vous dois tout ! Sans vous, je ne serais pas devenu ce que je suis aujourd'hui. Merci à mes sœurs. Merci à mes frères.

À tout ce beau monde que j'oublie de citer ici, je vous dis merci !



---

*Le premier savoir est le savoir de mon ignorance : c'est le début de l'intelligence.*

SOCRATE

*Pledge to never stop learning. What you know now is not enough to become the person you need to be tomorrow.*

MJ DEMARCO

*Discipline is the bridge between goals and accomplishment.*

Jim ROHN

*Il n'y a qu'une façon d'échouer, c'est d'abandonner avant d'avoir réussi.*

Georges CLÉMENCEAU





# Table des matières

<b>Introduction et problématiques</b>	<b>1</b>
<b>1 État de l'art</b>	<b>6</b>
1.1 Généralités sur les matériaux composites . . . . .	7
1.1.1 Définition et caractéristiques . . . . .	7
1.1.2 Place sur le marché . . . . .	8
1.2 Composites à fibres naturelles . . . . .	9
1.2.1 Présentation et enjeux . . . . .	9
1.2.2 Modification des fibres naturelles . . . . .	12
1.2.3 Propriétés mécaniques des fibres naturelles . . . . .	13
1.2.4 Les fibres de lin . . . . .	13
1.2.4.1 Structure de la fibre de lin . . . . .	13
1.2.4.2 Composition de la fibre de lin . . . . .	15
1.2.4.3 Extraction de la fibre de lin . . . . .	16
1.2.4.4 Les propriétés physiques . . . . .	17
1.2.4.5 Les propriétés mécaniques . . . . .	17
1.2.4.6 Interface fibre/matrice . . . . .	19
1.2.4.7 Mode de rupture . . . . .	20
1.2.5 Les composites à fibres de lin . . . . .	20
1.3 Composites à fibres synthétiques : cas du carbone . . . . .	23
1.3.1 La fibre de carbone . . . . .	23
1.3.2 Comportement mécanique . . . . .	25
1.3.3 Interface fibre/matrice . . . . .	25
1.4 Les stratifiés hybrides . . . . .	26
1.5 Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques	27
1.6 Notion de porosité . . . . .	28
1.6.1 Porosité dans les renforts fibreux . . . . .	28
1.6.2 Porosité dans les matériaux composites . . . . .	31
1.6.2.1 Le concept . . . . .	31
1.6.2.2 Effet de la porosité sur les propriétés mécanique d'un stratifié . . . . .	32
1.7 Mise en œuvre des matériaux composites . . . . .	32
1.7.1 Moulage des préimprégnés . . . . .	33
1.7.2 Le moulage par compression . . . . .	34
1.7.3 Moulage au contact . . . . .	35
1.7.4 Enroulement filamentaire . . . . .	36
1.7.5 Moulage par pultrusion . . . . .	37
1.7.6 Moulage par transfert de résine (Resin Transfer Molding RTM) . . . . .	37
1.7.7 Infusion de film de résine (Resin Film Infusion RFI) . . . . .	38
1.7.8 Infusion de résine liquide (Liquid Resin Infusion LRI) . . . . .	38
1.8 Compaction de renforts pour matériaux composites . . . . .	39

1.8.1	Le mécanisme de compaction . . . . .	39
1.8.2	Le comportement d'un renfort fibreux en compaction . . . . .	40
1.8.3	Les phénomènes physiques en présence . . . . .	42
1.8.3.1	Frottement entre les fibres . . . . .	42
1.8.3.2	Réorganisation des fibres . . . . .	42
1.8.4	Les modèles de compaction . . . . .	44
1.8.4.1	Modèle de Toll et Manson [1] . . . . .	44
1.8.4.2	Modèle de Gauvin [2] . . . . .	44
1.8.4.3	Modèle généralisé de Van Wyk [3] . . . . .	47
1.8.4.4	Modèle de Matsudaira [4] . . . . .	48
1.8.4.5	Modèle de Gauvin et Chibani [5] . . . . .	48
1.8.4.6	Autres modèles de compaction . . . . .	49
1.9	Conclusion . . . . .	50
<b>2</b>	<b>Mise en œuvre et techniques expérimentales de caractérisation</b>	<b>52</b>
2.1	La matrice . . . . .	53
2.2	Mise en œuvre des composites stratifiés . . . . .	53
2.3	Cuisson des plaques fabriquées . . . . .	57
2.4	Découpe des éprouvettes . . . . .	57
2.5	Techniques de caractérisation . . . . .	57
2.5.1	Compaction de renforts secs . . . . .	58
2.5.1.1	Échantillon de compaction . . . . .	58
2.5.1.2	Procédure d'essai . . . . .	58
2.5.1.3	Autre technique de mesure de déplacement . . . . .	59
2.5.2	L'indentation instrumentée . . . . .	60
2.5.2.1	Principe général . . . . .	61
2.5.2.2	Objectif de l'essai . . . . .	62
2.5.2.3	Type d'éprouvette . . . . .	62
2.5.2.4	Protocole expérimental . . . . .	62
2.5.3	La résilience . . . . .	64
2.5.3.1	Objectif . . . . .	64
2.5.3.2	Géométrie des éprouvettes . . . . .	64
2.5.3.3	Protocole expérimental . . . . .	64
2.5.4	La flexion trois points . . . . .	65
2.5.4.1	Principe . . . . .	65
2.5.4.2	Objectif . . . . .	65
2.5.4.3	Géométrie des éprouvettes . . . . .	67
2.5.4.4	Préparation des éprouvettes . . . . .	67
2.5.4.5	Dispositif expérimental . . . . .	67
2.5.4.6	Validation du calcul CIN . . . . .	69
2.5.4.7	Mode de rupture . . . . .	70
2.5.5	Essai de vibrations . . . . .	70
2.5.5.1	Objectif de l'essai . . . . .	71
2.5.5.2	Géométrie des éprouvettes . . . . .	71
2.5.5.3	Protocole expérimental . . . . .	71
2.6	Conclusions . . . . .	73

<b>3</b>	<b>Compaction de renforts secs pour matériaux composites stratifiés</b>	<b>74</b>
3.1	Présentation des renforts . . . . .	75
3.1.1	L'architecture des différents renforts . . . . .	75
3.1.1.1	Les unidirectionnels (UD) . . . . .	75
3.1.1.2	Les bi-biais . . . . .	75
3.1.1.3	Les tissus . . . . .	75
3.1.2	La nature des renforts . . . . .	76
3.1.2.1	Les renforts lin . . . . .	76
3.1.2.2	Le renfort carbone . . . . .	76
3.1.2.3	Les renforts verre . . . . .	78
3.2	Compaction des renforts secs . . . . .	79
3.2.1	Exploitation des essais de compaction . . . . .	79
3.2.2	Taux de remplissage surfacique . . . . .	82
3.2.3	Modèle de compaction . . . . .	84
3.2.4	Précision de l'ajustement . . . . .	84
3.2.5	Identification des phases de compaction . . . . .	86
3.2.6	Résultats des essais . . . . .	89
3.2.6.1	Influence du nombre de plis . . . . .	89
3.2.6.2	Comparaison UD/bi-axial . . . . .	92
3.2.6.3	Influence du grammage . . . . .	94
3.2.6.4	Influence du type de mèches . . . . .	99
3.2.6.5	Influence de la nature des fibres . . . . .	101
3.3	Conclusions . . . . .	103
<b>4</b>	<b>Propriétés des composites stratifiés hybrides carbone/lin</b>	<b>104</b>
4.1	Choix des renforts pour l'hybridation . . . . .	105
4.2	Caractérisation du tissu <i>toile</i> de lin . . . . .	105
4.2.1	Architecture . . . . .	105
4.2.2	Observation optique . . . . .	106
4.2.3	Modélisation 3D . . . . .	107
4.2.4	Essais de traction sur les fils . . . . .	107
4.3	Séquences d'empilement et technique hybridation . . . . .	109
4.4	Compaction des empilements hybrides . . . . .	111
4.4.1	Méthode de calcul de taux de fibres . . . . .	111
4.4.2	Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement . . . . .	112
4.5	Microstructure des stratifiés et relation avec la séquence d'empilement . . . . .	114
4.5.1	Caractérisation de la microstructure . . . . .	114
4.5.2	Influence de la séquence d'empilement sur le taux de porosités . . . . .	116
4.6	Propriétés des composites lin et carbone . . . . .	118
4.6.1	Propriétés de flexion . . . . .	118
4.6.1.1	Calcul des propriétés mécaniques . . . . .	118
4.6.1.2	Courbe représentative . . . . .	119
4.6.1.3	Comportement mécanique . . . . .	119
4.6.1.4	Propriétés mécaniques . . . . .	120
4.6.2	Propriétés en indentation . . . . .	120
4.6.2.1	Modes de déformation . . . . .	120
4.6.2.2	Méthodes d'analyse des courbes d'indentation . . . . .	122
4.6.2.3	Présentation des résultats . . . . .	126
4.6.3	Comportement à l'impact (choc Charpy) . . . . .	132

4.6.3.1	Capacité d'absorption d'énergie . . . . .	132
4.6.3.2	Résultats . . . . .	134
4.6.4	Propriétés d'amortissement . . . . .	135
4.6.4.1	Méthodes de mesure de l'amortissement . . . . .	135
4.6.4.2	Évaluation des propriétés dynamiques des poutres . . . . .	138
4.6.4.3	Analyse des résultats . . . . .	138
4.6.5	Bilan des séquences non-hybrides . . . . .	140
4.7	Caractérisation des séquences hybrides . . . . .	143
4.7.1	Propriétés en flexion . . . . .	143
4.7.1.1	Comportement mécanique . . . . .	143
4.7.1.2	Résistance et rigidité en flexion . . . . .	144
4.7.2	Propriétés en indentation . . . . .	144
4.7.3	Comportement à l'impact (choc Charpy) . . . . .	148
4.7.4	Propriétés d'amortissement . . . . .	151
4.7.5	Bilan des séquences hybrides . . . . .	153
4.8	Bilan général . . . . .	153
4.9	Conclusion . . . . .	156
<b>5</b>	<b>Influence de la séquence d'empilement sur le comportement en flexion de matériaux composites stratifiés hybrides carbone/lin : rigidité et rupture</b>	<b>158</b>
5.1	Hypothèses de la théorie classique des stratifiés . . . . .	159
5.2	Équations de comportement en flexion . . . . .	159
5.3	Module de flexion théorique d'un stratifié hybride . . . . .	162
5.3.1	Stratégie de calcul . . . . .	162
5.3.2	Propriétés mécaniques des fibres de carbone et des fils de lin . . . . .	162
5.3.3	Propriétés de la matrice . . . . .	164
5.3.4	Propriétés des couches unidirectionnelles . . . . .	164
5.3.5	Prise en compte de l'anisotropie . . . . .	166
5.3.6	Propriétés élastiques des couches tissus . . . . .	166
5.3.7	Prise en compte de la porosité . . . . .	170
5.3.8	Détermination des coefficients de rigidité $Q_{ij}$ des couches tissus dans les axes principaux . . . . .	170
5.3.9	Comportement du stratifié . . . . .	171
5.4	Application aux hybrides étudiés . . . . .	172
5.4.1	Calcul des coefficients de rigidité . . . . .	172
5.4.2	Analyse des résultats . . . . .	180
5.4.3	Confrontation des résultats théoriques avec les résultats expérimentaux . . . . .	182
5.5	Scénario de rupture . . . . .	183
5.5.1	Cas de la flexion 3 points . . . . .	183
5.5.2	Répartition des contraintes en fonction de la séquence d'empilement . . . . .	184
5.5.3	Analyse et comparaison . . . . .	184
5.6	Conclusion . . . . .	190
	<b>Conclusion générales et perspectives</b>	<b>192</b>
	<b>Table des figures</b>	<b>198</b>
	<b>Liste des tableaux</b>	<b>202</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>204</b>

# **Introduction et problématiques**



Financé par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche, notre projet de recherche a été effectué au sein de l'équipe PM2E du laboratoire CIMAP de l'université de Caen Normandie/IUT d'Alençon. D'une manière générale, ce projet se situe dans le cadre de l'étude des relations procédé de mise en forme/microstructure/propriétés. Plus précisément, le but est d'explorer ces interactions pour analyser la capacité de mise œuvre de renforts fibreux secs à travers des tests de compaction et proposer des structures hybrides lin/carbone répondant à des cahiers de charges exigeants.

Les matériaux composites deviennent de plus en plus un choix intéressant pour de nombreuses applications industrielles. On les retrouve dans des domaines importants tels que l'aéronautique, l'automobile, le sport, le naval ou encore le bâtiment, du fait de leurs bonnes propriétés : résistance mécanique et rigidité élevées, résistance élevée aux chocs, faible poids, résistance à la corrosion et faible coût de maintenance. Traditionnellement, les matériaux composites sont renforcés par des fibres synthétiques comme les fibres de verre, de carbone, d'aramide ou encore des fibres céramiques. Ces fibres sont utilisées à cause de leur résistance, leur rigidité, leur faible absorption d'humidité, leur bonne compatibilité avec les résines polymères. Les fibres de verre sont celles qui sont le plus couramment utilisées du fait de leur faible coût, de leur facilité de production et de leurs caractéristiques mécaniques spécifiques. Cependant, le principal problème lié à l'emploi de ces matériaux est leur impact négatif sur la santé de l'homme et sur l'environnement, d'autant plus qu'aujourd'hui les normes relatives au respect de l'environnement deviennent de plus en plus sévères. Par ailleurs, à l'heure actuelle, il n'existe aucune solution écologique et économique pour recycler les pièces composites à base de fibres synthétiques à la fin de leur durée de vie. De plus pour être produites, ces fibres synthétiques requièrent une quantité importante d'énergie. Ces constats ont donc favorisé l'émergence de matériaux biocomposites renforcés par des fibres naturelles, principalement des fibres végétales. Au cours de ces dernières années, l'utilisation des fibres naturelles dans les composites comme alternative aux fibres synthétiques a suscité de plus en plus d'attention. Cette attention s'explique par un certain nombre de facteurs : leurs propriétés spécifiques élevées, leur coût, leur faible impact sur l'environnement, leur caractère biodégradable, leur capacité à être recyclées et leur disponibilité. Ces avantages présentent un intérêt pour des applications dans divers domaines comme l'industrie automobile qui exigent des matériaux légers à haute performance avec une réduction du coût de la matière, une possibilité de recyclage et un minimum d'impact sur l'environnement. Néanmoins, les fibres naturelles possèdent aussi des points négatifs qui compromettent leur utilisation dans des applications structurelles de grande exigence : comportement hydrophile, faibles propriétés mécaniques, porosité, faible adhérence entre les fibres et la matrice. En outre, les propriétés mécaniques, physiques et chimiques des fibres végétales sont fortement dépendantes des conditions de récoltes, des conditions climatiques, de la localisation géographique, des propriétés du sol... , ce qui peut rebuter les potentiels utilisateurs soucieux d'avoir un produit stable.

Lors du processus de mise en œuvre des composites, les renforts fibreux qui les composent sont soumis à un important mécanisme de déformation suivant leur épaisseur, appelée compaction transverse ou plus simplement compaction. Ce mécanisme joue un rôle clé dans la qualité de la pièce composite finale car il affecte considérablement les propriétés du renfort impactant à leur tour celles du composite. Les renforts sont compactés grâce à la pression exercée par le contre-moule (ou par le moule, suivant la technique utilisée) sur ceux-ci. Cette compaction entraîne une réduction de l'épaisseur du renfort empilé et contribue ainsi à la réduction des porosités (diminution de leur taille et de leur nombre) contenues au sein de celui-ci, ce qui permet par conséquent d'augmenter le taux volumique de fibres. La compaction consiste donc à comprimer un renfort fibreux jusqu'à atteindre le taux de fibres visé et l'épaisseur souhaitée pour la pièce composite. Il est donc important de comprendre le comportement des renforts sous compaction lors de l'élaboration des matériaux composites car cela permettra de prédire leur épaisseur finale et de prédire aussi leurs propriétés telles que le taux de fibres qui est un paramètre essentiel pour assurer les performances attendues lors de la mise service de ces composites. La connaissance de la réponse en compaction des renforts permet également de prédire la pression nécessaire à l'obtention du taux de fibres



désiré. Sur le marché, il existe de nombreux renforts de fibre de lin avec diverses solutions techniques : architectures (UD, bi-biais, tissé (sergé, satin, toile)), grammages (de moins de 200 à plus de 700 g/m<sup>2</sup>), ou encore types de mèches (fils ou fibres), etc. Ainsi, le premier objectif de cette thèse est de tester différents renforts afin de déterminer leur capacité de compaction et donc leur aptitude de mise en œuvre, de comparer les différentes solutions techniques évoquées précédemment afin de savoir celles qui sont les plus pertinentes, et d'étudier les facteurs qui influent sur la capacité de compaction de ces renforts. Les tests seront effectués sur des renforts de lin, de carbone et de verre. S'il existe dans la littérature de nombreux travaux sur la compaction de renforts secs, il n'y en a quasiment pas qui portent sur la compaction de renforts à fibres naturelles. Devant l'émergence de ce nouveau type de renfort, il nous a semblé pertinent d'apporter des éléments de compréhension de leur comportement à la compaction.

Outre les capacités mécaniques conventionnelles (raideur et résistance mécaniques), les différents secteurs industriels recherchent également des matériaux composites pouvant offrir des performances dynamiques. Les performances mécaniques assurent une bonne tenue des structures alors que de bonnes propriétés dynamiques consistent en une bonne capacité des matériaux à amortir les chocs et les vibrations c'est-à-dire à dissiper de l'énergie emmagasinée. Une des solutions intéressantes pour réunir cette double exigence est la technique d'hybridation. L'hybridation est le fait d'utiliser au sein d'un même composite deux types renforts ou plus. Le terme hybride est défini de plusieurs manières dans la littérature scientifique. Les premiers se limitent au mélange de plusieurs renforts, sans prendre en compte l'impact de ce mélange sur les propriétés finales du composite. D'autres intègrent la notion de compensation dans le terme hybride, les atouts d'un type de fibre compensent les lacunes de l'autre type de fibre. Enfin pour certains le terme hybride est forcément associé à une synergie entre les renforts qui permet une amélioration supplémentaire des propriétés du composite par rapport à un simple mélange. Au-delà de ces différences de point de vue, le comportement des hybrides peut être vu comme une somme pondérée des propriétés des composants individuels et présentant un équilibre favorable entre les avantages et les inconvénients inhérents à ces composants. Par conséquent, un équilibre coût-performance-durabilité peut être obtenu avec l'utilisation des composites hybrides dans la conception des structures. La deuxième partie de la thèse est dédiée à la réalisation de notre second objectif qui est le développement de composites stratifiés hybrides depuis leur mise en œuvre jusqu'à leur caractérisation mécanique avec analyse de l'influence de la séquence d'empilement sur leurs propriétés. Le choix des éléments constitutifs du composite hybride dépend de l'objectif de l'hybridation, des exigences imposées au matériau ou à la structure devant être conçue. Notre choix s'est porté sur des fibres de carbone et de lin. Fibres de carbone parce que non seulement elles sont mécaniquement résistantes et possèdent une rigidité spécifique élevée par rapport à d'autres matériaux métalliques classiques, mais aussi elles ont fait l'objet de peu de travail dans la littérature dans le cadre des stratifiés hybrides. Ce sont les fibres de verre qui sont couramment hybridées avec les fibres végétales. Fibres de lin parce que d'une part, elles ont de meilleures propriétés comparativement aux fibres naturelles les plus couramment utilisées (chanvre, jute, kenaf, sisal...) et, d'autre part, elles possèdent un excellent pouvoir amortissant. Ces fibres de lin ont également fait l'objet de peu d'études dans le développement de composites hybrides. Le carbone viendra compenser la « faiblesse » mécanique et la porosité des composites à base fibres de lin tandis que le lin va apporter son pouvoir amortissant et sa capacité de déformation avant rupture au carbone. Par conséquent, combiner au sein d'un même matériau fibres de lin et de carbone pourrait répondre à ce besoin de nouveaux matériaux qui offrent performances mécaniques et dynamiques. Sur la base des résultats de compaction obtenus et des précédents travaux effectués dans notre laboratoire, le renfort de lin le moins compactable sera choisi pour réaliser des hybridations avec un renfort en carbone suivant différentes séquences d'empilement dans le but d'améliorer sa capacité de compaction et donc celle de sa mise en œuvre. Après la mise en œuvre, les performances techniques des composites hybrides élaborés seront analysées à travers divers essais de caractérisation.

Afin d'atteindre les objectifs qui sont les nôtres, les travaux réalisés au cours de cette thèse et rapportés

dans ce manuscrit, s'articulent autour de plusieurs axes répartis en cinq chapitres :

- Le chapitre 1 présente en premier lieu des notions générales sur les matériaux composites. Il présente ensuite les particularités des composites à fibres naturelles et synthétiques ainsi que celles des composites hybrides. La notion de porosité est évoquée ainsi que l'impact de ce paramètre sur les propriétés mécaniques des composites. Les différentes méthodes de mise en œuvre des matériaux composites sont également présentées. Au cours de cette mise en œuvre, les renforts sont sollicités en compaction. Il est donc important de connaître le comportement en compaction de ces renforts pour garantir une bonne qualité des pièces fabriquées. Ainsi, nous bouclons ce chapitre avec la présentation de ce phénomène ainsi que les modèles existants pour décrire le comportement d'un renfort fibreux en compaction.
- Le chapitre 2 décrit en détail, après présentation de la matrice utilisée, la technique de mise en œuvre retenue (infusion de résine) pour l'élaboration des plaques composites. Nous présenterons ensuite les différentes méthodes de caractérisation utilisées pour accéder au comportement et aux propriétés des stratifiés fabriqués. Les essais mécaniques effectués lors de nos travaux seront présentés ici, à savoir des essais de compaction, de flexion, d'indentation, de choc et des essais de vibrations.
- Les essais de compaction seront présentés dans le chapitre 3 en termes de résultats. Ces essais ont été menés sur 12 renforts différents (renforts secs) qui seront d'abord présentés dans la première partie du chapitre. La seconde partie de ce chapitre présentera les résultats montrant l'influence de divers paramètres sur la réponse mécanique d'un renfort sec en compaction.
- Le chapitre 4 donnera un aperçu des propriétés des stratifiés composites carbone/lin. Il sera composé de quatre axes. Les résultats de compaction effectuée sur des empilements hybrides seront présentés dans un premier temps. La microstructure des différentes plaques sera discutée secondement. Ensuite quelques propriétés mécaniques et les propriétés d'amortissement des composites (non-hybrides et hybrides) issues des essais présentés dans le chapitre 2 seront présentées, ainsi que l'influence de la séquence d'empilement des couches sur les propriétés des composites hybrides. En fin de chapitre, un bilan sera fait en vue de dégager la séquence d'empilement qui offre la meilleure performance en fonction de la sollicitation.
- Le chapitre 5 qui est le dernier est entièrement consacré à l'étude du comportement en flexion de nos stratifiés hybrides grâce à la théorie classique des stratifiés. L'analyse sera effectuée en deux volets. La première partie consistera à déterminer les modules de flexion théorique des différents stratifiés afin de les confronter avec les résultats expérimentaux. La seconde partie de l'analyse sera réservée à la prédiction du scénario de rupture de ces matériaux.

Les principaux résultats obtenus lors de notre thèse seront repris pour constituer la conclusion générale. Quelques perspectives en rapport avec nos travaux seront exposées pour clore ce manuscrit.

# Chapitre 1

## État de l'art

### Sommaire

---

<b>1.1 Généralités sur les matériaux composites</b>	<b>7</b>
1.1.1 Définition et caractéristiques	7
1.1.2 Place sur le marché	8
<b>1.2 Composites à fibres naturelles</b>	<b>9</b>
1.2.1 Présentation et enjeux	9
1.2.2 Modification des fibres naturelles	12
1.2.3 Propriétés mécaniques des fibres naturelles	13
1.2.4 Les fibres de lin	13
1.2.5 Les composites à fibres de lin	20
<b>1.3 Composites à fibres synthétiques : cas du carbone</b>	<b>23</b>
1.3.1 La fibre de carbone	23
1.3.2 Comportement mécanique	25
1.3.3 Interface fibre/matrice	25
<b>1.4 Les stratifiés hybrides</b>	<b>26</b>
<b>1.5 Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques</b>	<b>27</b>
<b>1.6 Notion de porosité</b>	<b>28</b>
1.6.1 Porosité dans les renforts fibreux	28
1.6.2 Porosité dans les matériaux composites	31
<b>1.7 Mise en œuvre des matériaux composites</b>	<b>32</b>
1.7.1 Moulage des préimprégnés	33
1.7.2 Le moulage par compression	34
1.7.3 Moulage au contact	35
1.7.4 Enroulement filamentaire	36
1.7.5 Moulage par pultrusion	37
1.7.6 Moulage par transfert de résine (Resin Transfer Molding RTM)	37
1.7.7 Infusion de film de résine (Resin Film Infusion RFI)	38
1.7.8 Infusion de résine liquide (Liquid Resin Infusion LRI)	38
<b>1.8 Compaction de renforts pour matériaux composites</b>	<b>39</b>
1.8.1 Le mécanisme de compaction	39
1.8.2 Le comportement d'un renfort fibreux en compaction	40
1.8.3 Les phénomènes physiques en présence	42
1.8.4 Les modèles de compaction	44
<b>1.9 Conclusion</b>	<b>50</b>

---

## 1.1 Généralités sur les matériaux composites

### 1.1.1 Définition et caractéristiques

Un matériau composite est un mélange de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes et ayant des propriétés complémentaires. Le matériau final est alors hétérogène et possède des qualités supérieures à celles de chacun de ses constituants.

Généralement, un matériau composite est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues incluses dans une phase continue. La phase discontinue, souvent plus rigide et plus résistante, est appelée *renfort*, alors que la phase continue prend le nom de *matrice* (figure 1.1). Cette dernière, habituellement moins rigide, sert principalement à transmettre les efforts au renfort, à le protéger contre tout impact ou toute dégradation extérieure et à donner la forme souhaitée au composite. Parfois, il y a besoin de rajouter une phase supplémentaire : *les charges et les additifs* [6]. Ils ont pour rôle d'améliorer les propriétés physiques et mécaniques du composite final ou de rendre sa mise en œuvre moins difficile.

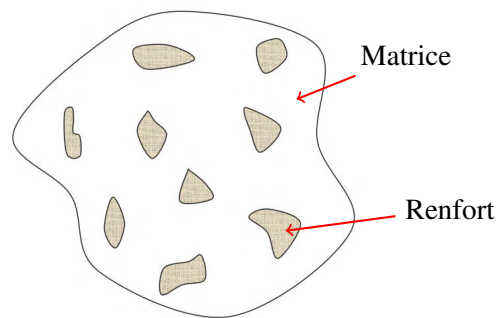


FIGURE 1.1 – Représentation d'un matériau composite

Selon la forme du renfort, nous distinguons deux classes de composites que sont les composites à *fibres* et les composites à *particules*. L'une ou l'autre des deux classes est choisie en fonction des caractéristiques voulues. En ce qui concerne les composites à fibres, nous avons des fibres longues et des fibres courtes. Les fibres courtes font entre  $100\ \mu\text{m}$  et  $1\ \text{mm}$  de long alors que les longues sont au-delà de  $1\ \text{mm}$  [7]. Les fibres assurent aux composites leurs propriétés mécaniques. Les particules, contrairement aux fibres, n'ont pas de dimension spécifique. Elles sont souvent non seulement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices entre autres la rigidité et la tenue à la température mais aussi utilisées comme charges pour rendre le matériau économiquement plus intéressant sans toutefois réduire ses propriétés [6].

Suivant la nature de la matrice, on peut avoir des composites à matrice organique, métallique ou minérale. Nous allons plus nous focaliser dans ce manuscrit sur les composites dont la matrice est de type organique. Les résines, livrées en solution, sont des polymères modifiés par différents adjuvants et additifs tels que les agents démoulants, les stabilisants, les pigments... Il existe deux principales familles de résines : les résines thermoplastiques (on parle de plastiques) et les résines thermodurcissables (on a les résines polyesters insaturés, les résines de condensation et les résines époxydes) [6]. Les résines thermoplastiques, initialement à l'état solide, sont caractérisées par l'enchevêtrement<sup>1</sup> de chaînes polymériques plus ou moins longues et peuvent être fondues par augmentation de la température au-delà du point de fusion. Après refroidissement, elles retrouvent leur état initial et leurs propriétés. Donc, elles ont l'avantage de pouvoir être fondues et moulées de nouveau même après leur polymérisation. Inversement, les résines thermodurcissables ne peuvent pas retourner à l'état liquide après polymérisation. Les thermodurcissables sont aussi à l'origine sous forme de liquide mais caractérisées par une réaction chimique

1. Ensemble d'éléments mêlés les uns aux autres d'une façon désordonnée

irréversible après ajout d'un catalyseur [8].

Les propriétés mécaniques d'un matériau composite sont dépendantes de celles de ses composants et d'autres paramètres tels que leur nature, leur géométrie, leurs interactions (interface fibre/matrice), leur répartition et en plus l'orientation des fibres pour les composites à fibres.

L'une des caractéristiques importantes dans la description des matériaux composites en termes de propriété est le taux volumique du renfort car il estime la concentration des renforts au sein du matériau composite.

La distribution des renforts, pour une concentration donnée, est également une caractéristique importante dans la mesure où elle joue sur l'homogénéité du matériau. Une distribution uniforme donne lieu à un matériau homogène alors qu'une distribution non uniforme des renforts génère une initiation de rupture dans les zones non riches en renforts et réduit donc la résistance du matériau composite. Pour un matériau à renforts fibreux, comme évoqué plus tôt, l'orientation des fibres a un important impact sur les propriétés mécaniques du matériau étant donné qu'elle joue sur l'anisotropie du composite [6].

Le choix d'un renfort et d'une matrice repose sur leurs propriétés, sur leur capacité à se mélanger de façon efficace, sur leur coût et sur l'application qui se trouve derrière le composite. Pour un composite à faible et moyenne performance, on utilise généralement les fibres courtes discontinues ou les particules pour un renforcement local de la matrice. En ce qui concerne les fibres longues, elles sont utilisées pour de hautes performances où elles supportent l'essentiel des efforts mécaniques alors que la matrice ne sert principalement que de support [9].

### 1.1.2 Place sur le marché

Séduisants, les matériaux composites sont largement utilisés dans le monde car ils allient propriétés de grandes qualités (par combinaison des propriétés des différents composants) et légèreté. Leurs propriétés sont capables de s'adapter en fonction de l'usage tout en réduisant la masse de la structure et les besoins énergétiques.

Le marché mondial des composites, en volume, connaît une croissance de 5,7% en moyenne par an. Les composites thermodurcissables ont une part de croissance de 3% contre 9% pour les composites thermoplastiques [10].

La figure 1.2 montre le marché mondial des renforts en fibres de verre s'établissant à 2,5 millions de tonne en 2000. Cette répartition de la production mondiale des composites à fibres de verre traduit de façon assez objective la répartition générale des composites à travers le monde vu que les composites à fibres de verre représentent plus de 95% de la production des matériaux composites [10].

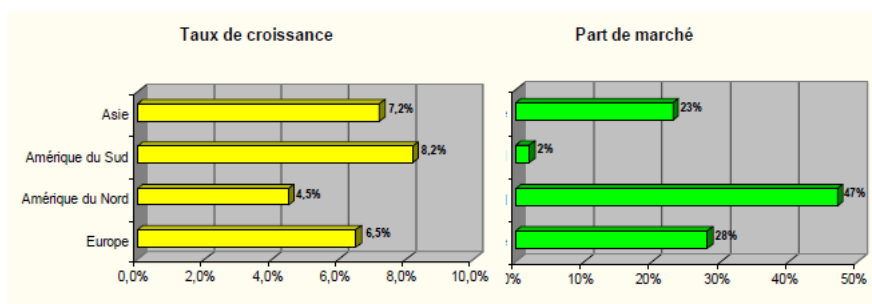


FIGURE 1.2 – Marché mondial des composites à fibres de verre [10]

En ce qui concerne les applications, les matériaux composites sont utilisés dans divers domaines. On peut citer l'automobile, le bâtiment, le sport et loisirs ou encore l'aéronautique. La figure 1.3 illustre l'utilisation des composites par domaine d'application en mettant en évidence la position de la France sur l'échiquier mondial.

Le marché des composites est dominé par les fibres synthétiques notamment la fibre de verre (95%) [11]. Mais ces dernières années les industriels et les scientifiques se sont beaucoup intéressés aux fibres naturelles comme élément de remplacement des fibres synthétiques particulièrement des fibres de verre d'autant plus que les fibres naturelles sont dotées de nombreux avantages intéressants comme leur disponibilité, leur coût faible, leur faible densité, leur caractère biodégradable, leurs propriétés de résistances spécifiques, leur faible impact sur l'environnement, etc.

Aujourd'hui, vis-à-vis de nombreux problèmes liés à l'environnement, le développement de matériaux à caractère écologique comme les composites à fibres naturelles est une véritable alternative aux matériaux renforcés par du verre [12]. Déjà, dans les années 2010, une quantité de 315 kilotonnes de biocomposites était utilisée dans les industries de construction automobile en Europe. Cette quantité pourrait bien exploser pour atteindre 1,32 mégatonnes en 2020 [13].

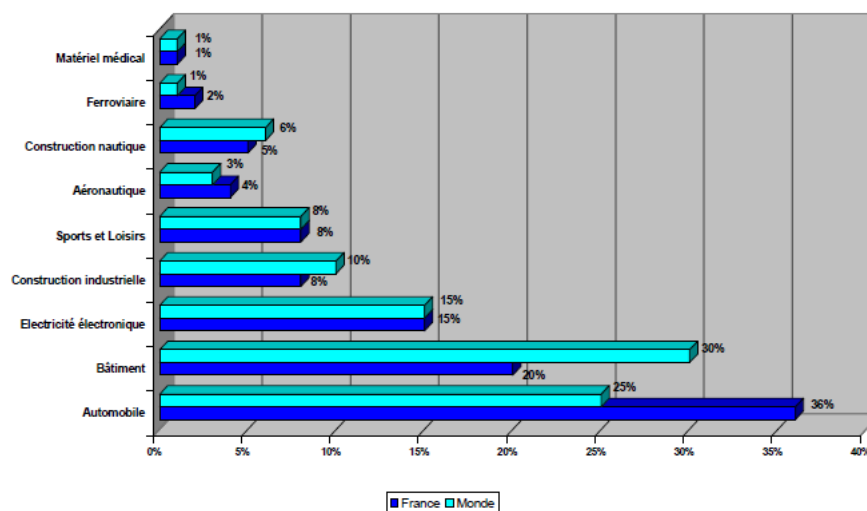


FIGURE 1.3 – Application des matériaux composites : position de la France (en tonnage) [10]

## 1.2 Composites à fibres naturelles

### 1.2.1 Présentation et enjeux

Produites par la nature, les fibres naturelles sont utilisées dans les matériaux composites depuis des milliers d'années. En Égypte antique, par exemple, l'on mélangeait de la paille et de l'argile pour la construction des murs [14, 15]. Les composites renforcés par des fibres naturelles ont connu un grand essor aussi bien dans le secteur industriel qu'universitaire. Il existe trois grands groupes de fibres naturelles suivant leur origine : les fibres végétales, les fibres minérales et les fibres animales [15, 16]. La figure 1.4 indique la classification des fibres naturelles.

La cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont les principaux constituants des fibres naturelles (1.1). Toutefois, on peut y retrouver aussi, en faible quantité, des protéines ou des composés inorganiques. La composition des fibres naturelles varie selon plusieurs facteurs. On peut citer entre autres la nature de la fibre, sa condition de développement, son âge ou encore les conditions climatiques [17].

Dans le cadre de ce travail, nous allons nous limiter au cas des fibres végétales. Les fibres végétales sont assimilables à un empilement de couches dont la structure est faite d'une lamelle mitoyenne, d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire [18]. Cette structure est montrée par la figure 1.5.

La lamelle mitoyenne, composée principalement de lignine (70 % environ) et d'hémicellulose, est une paroi épaisse de 0.5 à 2  $\mu\text{m}$  entourant les fibres et joue le rôle de matrice maintenant la cohésion

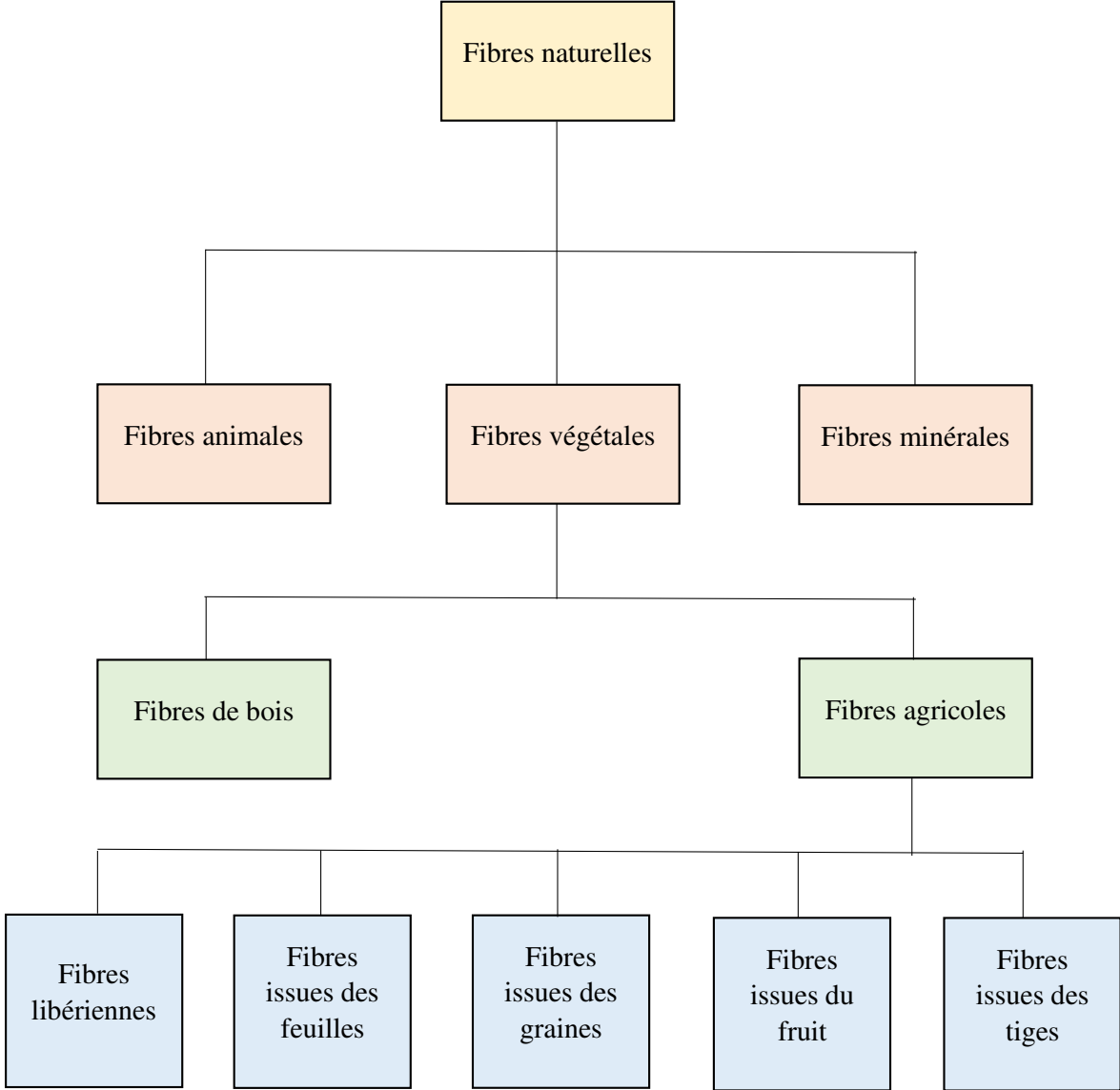


FIGURE 1.4 – Classification des fibres naturelles [15, 16]

Fibres	Cellulose	Lignine	Hémicellulose	Pectine	Cendre
<i>tiges :</i>					
<b>Bambou</b>	46-58	20-22	16-20	8-10	-
<b>Kénaf</b>	37-49	15-21	18-24	-	2-4
<b>Jute</b>	41-48	21-24	18-22	-	0,8
<i>écorce/libériennes :</i>					
<b>Lin</b>	71	2,2	18,6-20,6	2,3	-
<b>Kénaf</b>	31-57	15-19	21,5-23	-	2-5
<b>Jute</b>	45-71,5	12-26	13,6-21	0,2	2-5
<b>Chanvre</b>	57-77	3,7-13	14-22,4	0,9	0,8
<b>Ramie</b>	68,6-91	0,6-0,7	5-16,7	1,9	-
<i>feuillage :</i>					
<b>Abaca</b>	56-63	7-9	15-17	-	3
<b>Sisal</b>	47-78	7-11	10-24	10	0,6-1
<b>Henequen</b>	77,6	13,1	4-8	-	-

Tableau 1.1 – Composition des fibres naturelles (%) [17]

des fibres. La lignine, servant de ciment entre les fibres, est un polymère rigide tridimensionnel ayant des chaînes très courtes. Elle est très peu hydrophile et son vieillissement est accéléré par l'humidité et la chaleur [19]. L'hémicellulose, composée de chaînes de plusieurs sucres, est un polymère hétérogène ramifié. Elle est formée par des molécules très hydrophiles et adhésives englobant les micro-fibrilles. La paroi primaire est très mince et hydratée (30 à 100 nm d'épaisseur). Elle se présente comme un réseau non orienté de celluloses micro fibrillaires. La cellulose, quant à elle, est un polymère homogène semi-cristallin dont la chaîne est formée d'un même motif chimique. Elle est très rigide dû à la présence de nombreux groupements hydroxyles sur ses chaînes liées entre elles par des ponts d'hydrogène. En effet, le module d'élasticité de la cellulose est de l'ordre de 136 GPa comparé à celui de la fibre de verre qui n'est que de 75 GPa environ. Enfin, nous avons la paroi secondaire qui est beaucoup plus épaisse que la paroi primaire. Elle n'est pas extensible et est constituée de trois parties qui sont la paroi externe S1 (100 à 200 nm), la paroi centrale S2 (0,5 à 8 nm) et la paroi interne S3 (70 à 100 nm) [18].

Grâce à leur faible densité, leur faible coût et leurs propriétés spécifiques compétitives, les fibres naturelles apparaissent comme une alternative de faible impact sur l'environnement comparé aux fibres issues de matières fossiles. Les fibres naturelles sont utilisées dans la production de textiles, de fils, de cordes ou de papier [20]. Par rapport aux fibres synthétiques, les fibres naturelles ont de nombreux avantages. Parmi ces avantages on peut citer [21] :

- matière première renouvelable et disponible ;
- quantité libérée de CO<sub>2</sub> neutre à la fin du cycle de vie, par rapport à la quantité assimilée pendant la croissance de la plante ;
- possibilité de compostage<sup>2</sup> des composites à matrice biodégradable après leur durée de vie.

Cependant, à côté de ces avantages on note également des inconvénients qui pourraient compromettre l'élan de ces fibres naturelles. L'une des difficultés des fibres naturelles est la grande variabilité de leurs propriétés mécaniques par rapport aux fibres synthétiques dont les propriétés sont très contrôlées. Leurs propriétés mécaniques sont dépendantes de leur structure, de leur nature, de leur composition chimique, leurs conditions de croissance, des angles micro-fibrillaires ou encore de leurs défauts [22]. Un des facteurs clés de la qualité de la fibre est le type de traitement d'extraction [21].

Les autres inconvénients sont listés ci-dessous [23] :

2. Recyclage de déchet organique pour la production naturelle d'engrais ou de fertilisant.



- vulnérabilité aux attaques environnementales due à leur caractère biodégradable. Celui-ci réduirait leur durée de vie par rapport aux fibres de verre ;
- les propriétés sont dépendantes des conditions climatiques pendant leur croissance ;
- le procédé du rouissage<sup>3</sup> est difficile à optimiser pour ne pas dégrader la fibre ;
- dommages éventuellement occasionnés lors d'une récolte mécanisée ;
- section transversale irrégulière avec un vide central (lumen) rendant la détermination des propriétés mécaniques complexe ;
- dépendance de la teneur en eau des propriétés (la cellulose est hydrophile) ;
- dégradation des fibres dès la température de 200°C, ce qui rend le choix du procédé de mise en œuvre et de matrice limité.

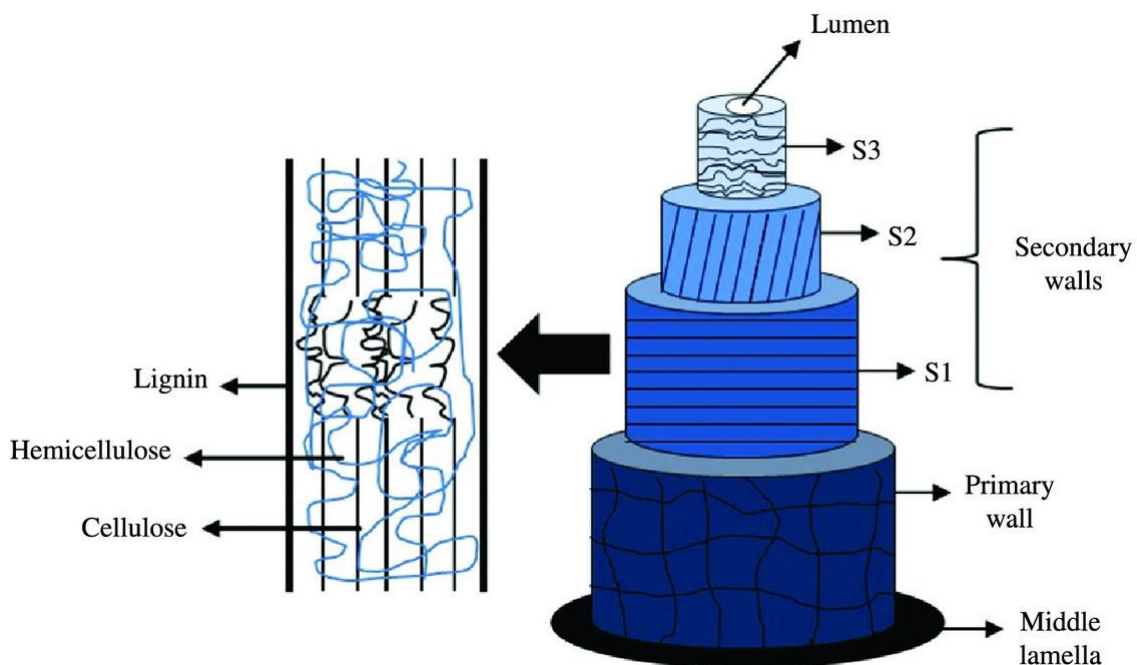


FIGURE 1.5 – Structure d'une fibre végétale [24]

### 1.2.2 Modification des fibres naturelles

Notons que dû à la présence de cellulose dans leur structure, les fibres naturelles ne sont pas compatibles avec les matrices polymères hydrophobes puisque la cellulose est hydrophile. Diverses études ont donc été menées sur les modifications des propriétés de surface des fibres naturelles et elles ont montré qu'un traitement adéquat effectué sur les fibres peut les rendre compatibles avec la matrice polymère lors de la mise en œuvre ; ce qui améliore la qualité des matériaux composites. Les modifications ont pour but d'améliorer non seulement l'adhésion des fibres avec la matrice mais aussi de réduire l'absorption d'humidité. Il a été démontré que l'adhésion fibres-matrice a un impact capital sur les propriétés mécaniques du matériau composite [25].

3. Le rouissage est la dissociation des parties fibreuses de la plante par élimination de la pectose qui soude les fibres à la partie ligneuse, par l'action combinée du soleil et de la pluie. La pectose est une substance chimique qu'on rencontre chez les fruits avant maturation. Le rouissage est une opération très importante car c'est lui qui détermine en grande partie la qualité de la fibre.

Différentes méthodes existent pour améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice et renforcer ainsi cette adhésion fibres-matrice. On distingue des méthodes physiques et des méthodes chimiques. Les méthodes physiques agissent sur les propriétés structurelles et les propriétés de surface de la fibre ; ce qui modifie ainsi les liaisons avec les polymères. En exemple, on peut citer le laser, le plasma, l'étirage, le traitement thermique, les rayons UV, etc. Quant aux méthodes chimiques, on note les traitements à la soude, au silane ou encore à l'acide acétique [26].

L'une des méthodes chimiques importantes le couplage chimique. Elle permet l'amélioration de l'adhérence interfaciale. Les agents de couplage réagissent avec la surface de la fibre pour former un pont de liaisons chimiques entre la fibre et la matrice. Ces agents de couplage sont généralement des molécules ayant deux fonctions. La première réagit avec les groupes hydroxyles (-OH) de la cellulose et la seconde avec les groupes fonctionnels de la matrice [21].

### 1.2.3 Propriétés mécaniques des fibres naturelles

Nous avons précédemment vu que différentes fibres végétales de diverses natures peuvent être utilisées dans la fabrication des matériaux composites pour diverses applications. Ces fibres sont utilisables aussi bien avec une matrice thermodurcissable qu'avec une matrice thermoplastique. Il y a un certain nombre de facteurs qui influencent les propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles. Il s'agit de la proportion des fibres, la nature des fibres, la taille des fibres, le type de tissage ainsi que la mise en œuvre. Pour un taux massique de fibres compris entre 50 et 70%, la contrainte de rupture des composites à fibres naturelles augmente avec le taux volumique de fibres jusqu'à une valeur maximale [27]. Les propriétés mécaniques sont également fortement liées à la qualité de l'interface fibre/matrice. D'après [28], la nature hydrophile des fibres végétales peut conduire à une importante absorption d'humidité ou d'eau affectant ainsi l'interface des fibres avec la matrice polymère (qui est de nature hydrophobe) par gonflement différentiel. Ce phénomène peut mener à un vieillissement prématuré des composites à fibres végétales.

Le tableau 1.2 expose les propriétés mécaniques de quelques composites renforcés par des fibres naturelles longues.

Étant donné que nos travaux portent sur les fibres de lin, nous allons consacrer la section suivante à la description des composites à renforts lin.

### 1.2.4 Les fibres de lin

La fibre de lin, dont la France est le plus grand producteur [38], est l'un des renforts végétaux les plus utilisés dans les matériaux composites. Les caractéristiques de cette fibre seront décrites dans cette section.

#### 1.2.4.1 Structure de la fibre de lin

Le lin est une plante faisant partie de la famille des Linacées qui comporte plus de 200 espèces dont la plus connue est le *Linum usitatissimum* (le lin le plus utile, en latin). Cette plante est cultivée principalement en France notamment dans la région Normandie où le climat est de type tempéré et humide . La tige de lin a une hauteur comprise entre 80 et 120 cm et un diamètre d'environ 2 mm [39]. Cette tige est constituée de plusieurs faisceaux de fibres disposés de manière longitudinale. Les faisceaux de fibres sont eux-mêmes constitués de plusieurs fibres élémentaires qui sont liées entre elles par des pectines et des hémicelluloses. Les fibres élémentaires sont généralement de forme cylindrique imparfaite, polygonale à 6 cotés, et avec une cavité centrale qu'on appelle le lumen [40]. Sur le plan microscopique, chaque fibre est différente (d'un point de vue composition chimique, structure et épaisseur) et est constituée de deux parois cellulaires concentriques : paroi primaire (P) et paroi secondaire (S). La paroi secondaire est elle-même composée de trois parois notées S1, S2 et S3. On retrouve le lumen au sein de ces parois.

Matrice	Nature Fibre	Mise en œuvre	$V_f$ (%)	Forme fibre	$\sigma_{\text{traction}}$ (MPa)	E(GPa)	$\varepsilon$ (%)	Réf.
<i>Matrice thermodurcissable</i>								
Polyester	Sisal	TC	30	natte	69	-	-	[29]
Polyester	PALF	TC	25	natte	42	-	-	[29]
Polyester	Vakka	TC	37	UD	66	1,79	-	[30]
Polyester	Sisal	TC	37	UD	50	1,6	-	[30]
Polyester	Bambou	TC	37	UD	121,5	2,23	-	[30]
Époxy	Ramie	ISV	34	Tissé 2D	82	7,2	-	[31]
Époxy	Jute	ISV	34	Tissé 2D	56	5,6	-	[31]
<i>Matrice thermoplastique</i>								
PE	Chanvre	Injection	20	UD	32,9	1,42	-	[32]
PE	Chanvre	Injection	35	UD	60,2	1,74	-	[32]
PE	Sisal	TC	15	courtes	32	1,11	-	[33]
PE	Coir	-	22	courtes	24	0,7	-	[34]
PE	Sisal	TC	20	courtes	32,8	1,22	-	[33]
PP	Abaca	Injection	-	courtes	42	4,9	1,7	[35]
PP	Jute	Injection	-	courtes	47,9	5,8	1,4	[35]
PP	Lin	Extrusion	40	UD	29	7,6	1,5	[36]
<i>Matrice biosourcée</i>								
PLA	Lin	Extrusion	40	UD	44	7,3	0,9	[36]
PLA	Lin	TC	30	natte	100	7,9	0,3	[37]
PLA	Abaca	Injection	-	courtes	74	8	1,4	[35]
PLA	Jute	Injection	-	courtes	81,9	9,6	1,8	[35]
PHB	Lin	TC	30	natte	40	4,5	0,2	[37]
PLLA	Lin	TC	30	natte	99	9,7	0,2	[37]

Tableau 1.2 – Propriétés mécaniques de quelques composites à fibres naturelles longues (TC : Thermo-compression et ISV : Injection sous vide)

La paroi primaire ou externe, d'une épaisseur d'environ  $2 \mu\text{m}$ , est très poreuse, continue et élastique. Elle contient principalement des pectines mais aussi quelques microfibrilles de cellulose aléatoirement orientées (éléments de base des fibres végétales). La paroi secondaire ou interne est plus épaisse (environ  $10 \mu\text{m}$ ) et représente la majeure partie de la fibre. Elle est également la plus riche en cellulose [39]. Ces parois peuvent être considérées comme des composites renforcés par des microfibrilles arrangées de manière hélicoïdale dans une matrice amorphe composée de pectine et de cellulose [40]. L'orientation des microfibrilles dans les parois cellulaires a une grande importance sur le comportement mécanique des fibres végétales. Plus l'angle d'inclinaison des microfibrilles par rapport à l'axe de la fibre est faible plus les propriétés mécaniques (résistance et rigidité) sont meilleures car les microfibrilles seront plutôt sollicitées selon leur axe. Et plus l'angle est grand, plus l'allongement à la rupture est important [41]. Cet angle d'orientation des microfibrilles s'appelle angle microfibrillaire. Comme nous pouvons le remarquer sur la figure 1.6, la couche la plus épaisse, S2, a des microfibrilles dont l'angle d'inclinaison est le plus faible (de l'ordre de  $10^\circ$ ). On en déduit que les propriétés mécaniques de la fibre de lin sont essentiellement conditionnées par la paroi S2.

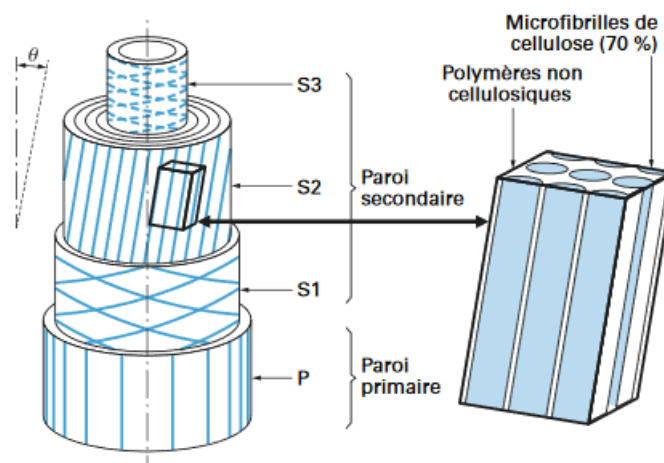


FIGURE 1.6 – Microstructure d'une fibre élémentaire de lin [40]

#### 1.2.4.2 Composition de la fibre de lin

La composition des parois cellulaires des fibres de lin diffère suivant les espèces. Le tableau 1.3 indique la composition des fibres de lin selon divers auteurs. Même au sein d'une même espèce, cette composition varie. Les différences entre les valeurs s'expliquent par plusieurs facteurs. Ces facteurs sont : la variété considérée, la qualité du sol, des conditions climatiques liées à la croissance, de la maturité de la fibre, la qualité du rouissage, des conditions de mesure comme l'humidité la température, etc [42].

**La cellulose :** elle est le principal constituant de la fibre de lin, composant le plus rigide et le plus résistant. Elle se présente sous forme de chaînes semi-cristallines et n'est rien d'autre qu'un polysaccharide glucidique constitué d'une chaîne linéaire de 15 à 15000 molécules de D-glucose. La présence des groupements hydroxyles au sein de la cellulose explique le caractère hydrophile de la fibre de lin. La cellulose est résistant aux traitements alcalins [22].

**Les hémicelluloses :** regroupent un ensemble de polysaccharides entièrement amorphes et de faibles poids moléculaires. Ce sont des polymères très hydrophiles. Les hémicelluloses sont fortement liées à la cellulose via des liaisons hydrogènes et constituent une forme de ciment entre les fibres [50].

Cellulose	Hémicellulose	Pectine	Lignine	Eau	Cire	Autre	Réf.
65	16	3	2,5	8	1,5	4	[43]
64	17	2	2	10	1,5	3,5	[44]
67	11	-	2	-	-	20	[45]
68	10-15	2-5	3-5	10	1-2	0,5	[46]
71	21	-	2	-	-	6	[47]
74	14	-	3	8	-	1	[48]
71	10	-	3	9	2	5	[49]

Tableau 1.3 – Fractions massiques des composants de la fibre de lin (%)

**Les pectines :** ce sont des hétéro-polysaccharides qui forment une matrice dans laquelle sont intégrées les microfibrilles de cellulose et les hémicelluloses. Elles assurent la cohésion du faisceau. Elles aident également au stockage d'eau ; ce qui apporte de la plasticité et de la flexibilité aux fibres [51].

**Les lignines :** elles sont des polymères (polyphénols) totalement amorphes et rigides. Elles assurent le rôle de transport de l'eau dans la plante et apportent de la rigidité à la fibre. Toutefois, il faut noter que leur taux sont faibles dans la fibre de lin comparé aux autres fibres végétales [52].

**L'eau :** provoque une diminution de la rigidité de la fibre et une augmentation de son allongement à la rupture. Son absorption est due à la présence des pectines et cette absorption entraîne un gonflement de l'espace entre les fibrilles. L'eau représente environ 8 à 10 % de la masse d'une fibre de lin [53].

**Les cires et les huiles :** assurent la protection de la plante des attaques extérieures et doivent être éliminées en vue de l'amélioration de l'interface entre les fibres et la matrice [52].

### 1.2.4.3 Extraction de la fibre de lin

En termes de cycle de vie du lin, il faut compter 100 jours entre la semence (en mars) et la récolte (en juillet). Mais pour obtenir de longues fibres de lin à partir de la tige, il faut plusieurs opérations successives [54, 55] :

**L'arrachage :** C'est la première étape d'extraction des fibres de lin. La récolte s'effectue par arrachage des tiges défoliées c'est-à-dire lorsqu'elles sont arrivées à maturité. Les fibres sont encore sous forme de faisceaux et ne sont pas facilement séparables du reste de la tige. Elles contiennent des impuretés qui provoquent des concentrations de contraintes et les fragilisent.

**Le rouissage :** après l'arrachage, les tiges sont déposées sur le sol. Le rouissage est l'opération par laquelle la lamelle mitoyenne qui relie les faisceaux de fibres entre eux est détruite grâce aux micro-organismes présents dans le sol. Ces micro-organismes sont favorisés par la pluie et le soleil. Ce qui permet la séparation des faisceaux et leur division en fibres techniques.

**Le teillage :** c'est une opération qui consiste à extraire mécaniquement des morceaux de bois appelés anas se trouvant à l'intérieur des tiges. Elle comprend les étapes successives suivantes : l'égrenage, l'étirage, le broyage, et le battage des tiges.

**Le peignage :** est la dernière étape d'extraction. Elle permet de retirer les fibres courtes. Elle permet également d'étirer, de calibrer et d'aligner les fibres longues afin d'obtenir un ruban continu.

**La filature :** c'est le processus qui consiste à transformer les fibres destinées à l'industrie textile en fil. Ces fibres sont étirées et torsadées pour former des fils.

#### 1.2.4.4 Les propriétés physiques

Les fibres de lin sont plutôt longues comparées aux autres fibres végétales (tableau 1.4). Leur longueur varie entre 4 et 80 mm et la moyenne est de 30 mm. Le diamètre moyen est de 20  $\mu\text{m}$  et il peut atteindre plusieurs dizaines de microns.

Le rapport longueur/diamètre des fibres de lin est de 1500. Ce rapport est d'une grande importance dans le cadre des composites UD parce qu'il faut que la fibre soit la plus continue possible et ait une surface de contact suffisante entre les fibres et la matrice pour que le transfert de charge puisse être assuré [39].

Fibre	Longueur (mm)		Diamètre ( $\mu\text{m}$ )		Rapport L/d
	Valeur	Moyenne	Valeur	Moyenne	
<i>Lin</i>	4 - 80	33	5 - 76	19	1500
Jute	0,8 - 6	3	15 - 25	20	150
Chanvre	5 - 55	25	10 - 51	25	1000
Noix de coco	0,3 - 1	0.7	12 - 24	20	350
Ramie	40 - 250	120	16 - 126	50	2400
Coton	15 - 56	18	12 - 25	20	900

Tableau 1.4 – Propriétés géométriques de la fibre lin / Comparaison avec les autres fibres végétales. [56–59]

En ce qui concerne la densité, elle varie peu d'une espèce à une autre. Selon la littérature, c'est la méthode de mesure de cette densité qui est à l'origine des écarts trouvés entre les valeurs et non la nature de la fibre. La densité des fibres de lin est estimée à 1.38  $\text{g}/\text{cm}^3$  mais dû à une porosité de 10%, la densité apparente des fibres est de 1.54  $\text{g}/\text{cm}^3$  en moyenne [44, 57].

#### 1.2.4.5 Les propriétés mécaniques

De bonnes propriétés mécaniques sont à l'origine de l'intérêt porté aux fibres de lin. Nous allons présenter dans cette partie les différentes propriétés et le comportement mécaniques des fibres.

Les différentes études sont d'accord sur le fait que le comportement en traction des fibres est non linéaire. La figure 1.7 montre une courbe typique contrainte-déformation d'une fibre élémentaire de lin soumise à un essai de traction. En effet, la courbe de traction présente deux parties linéaires séparées par une zone non-linéaire. La première partie linéaire est affectée à la mise en charge de la fibre. La deuxième partie non linéaire et plutôt incurvée est expliquée comme une déformation visco-élasto-plastique de la fibre. En fait, elle correspond à un phénomène d'alignement progressif des microfibrilles dans le sens de l'axe de traction et à un phénomène de réarrangement des parties amorphes incluses dans les parois cellulaires. La troisième partie linéaire correspond à une réaction élastique de la fibre dans sa nouvelle configuration microfibrillaire [42, 60].

Après quelques cycles de charge-décharge à faibles niveaux d'efforts, le domaine central (non linéaire) disparaît. Ceci s'explique par une nouvelle organisation structurale [42]. Sur d'autres fibres végétales, par exemple sur le chanvre et le sisal [61, 62], on retrouve également ce type de comportement.

À partir de la courbe de traction, les propriétés mécaniques sont calculées. Le tableau 1.5 indique les propriétés mécaniques de différentes fibres de lin selon leurs espèces et selon divers auteurs.

#### Dispersion des résultats

Plusieurs facteurs influencent les propriétés mécaniques des fibres végétales en particulier la fibre de lin. Ces facteurs sont les raisons qui expliquent les énormes dispersions entre les propriétés des fibres végétales de même nature et de variétés différentes d'une part, et celles des fibres végétales par rapport

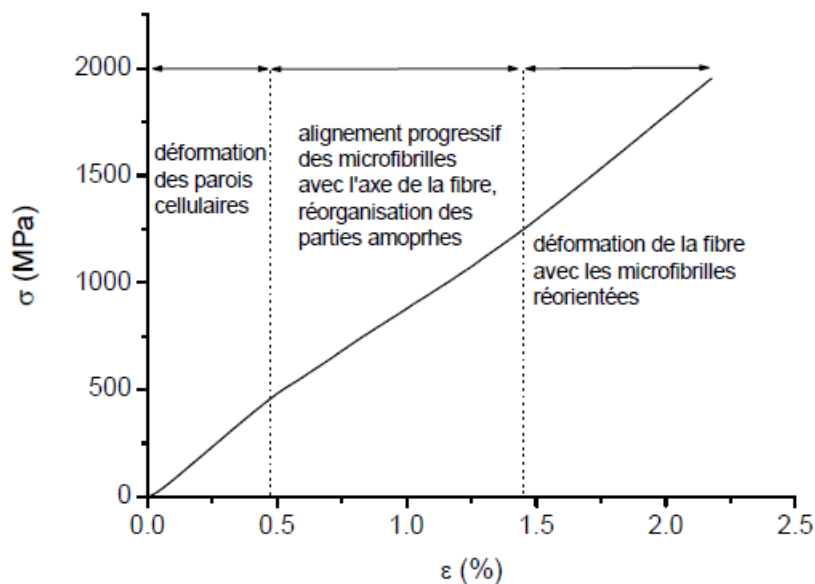


FIGURE 1.7 – Courbe contrainte-déformation d’une fibre de lin soumise à un essai de traction monotone [60]

Espèce	Nombre fibres testées	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	E(GPa)	$\sigma_{\text{traction}}$ (MPa)	A (%)	Réf.
Hermès	37	19,6 ± 6,7	68,2 ± 35,8	1454 ± 835	2,3 ± 0,6	[63]
Agatha	45	21,3 ± 6,3	57 ± 29	865 ± 413	1,8 ± 0,7	[63]
Hermès	23	84,0 ± 20	30 ± 11	300 ± 100	1,1 ± 4,4	[64]
Ariane	23	23,9 ± 0,7	51,3 ± 12,0	1317 ± 529	3,3 ± 0,7	[65]
Hermès	89	18,6 ± 3,9	48,9 ± 12,0	1066 ± 342	2,8 ± 0,8	[66]
Andrea	59	18,2 ± 3,9	48,3 ± 13,8	841 ± 300	2,2 ± 0,8	[66]
Marylin	99	13,9 ± 2,7	57,1 ± 15,5	1135 ± 495	2,1 ± 0,6	[66]
Hivernal	57	12,9 ± 3,3	71,7 ± 23,3	1111 ± 544	1,7 ± 0,6	[67]
Alaska	66	15,8 ± 4,1	49,5 ± 3,2	733 ± 271	1,7 ± 0,6	[67]
Everest	76	21,2 ± 6,6	48,0 ± 20,3	863 ± 447	2,1 ± 0,8	[67]

Tableau 1.5 – Propriétés mécaniques des fibres de lin

aux fibres synthétiques d'autre part. Pour illustration, la figure 1.8 montre les courbes de traction des fibres de verre et de lin. On voit clairement que les résultats du lin sont plus dispersés que ceux du verre. Il a été montré dans [60] qu'un écart-type de 28% dans la mesure sur la section des fibres peut générer une incertitude de 56 % sur l'évaluation de la contrainte à rupture.

Les différents facteurs évoqués plus haut sont :

- la variété : selon [39] les fibres de lin de la variété Hermès, se situant dans la zone médiane de la tige ont de meilleures propriétés mécaniques ;
- la géométrie : le module d'Young a tendance à diminuer avec le diamètre moyen et la longueur des fibres ;
- les conditions de croissance (le type de sol, engrais, maturité . . . ) ;
- les conditions climatiques (la saison, la température, la pluviométrie . . . ). Thuault [60] a démontré que l'effet commun d'une température cumulée plus élevée et d'une bonne pluviométrie peut améliorer les propriétés mécaniques du lin ;
- les étapes d'élaboration (arrachage, séchage, rouissage, teillage . . . ) ;
- les traitements subis, qu'ils soient chimiques, mécaniques ou biologiques ;
- les conditions d'essai (humidité, température) ;
- les méthodes d'analyses (déformation, section).

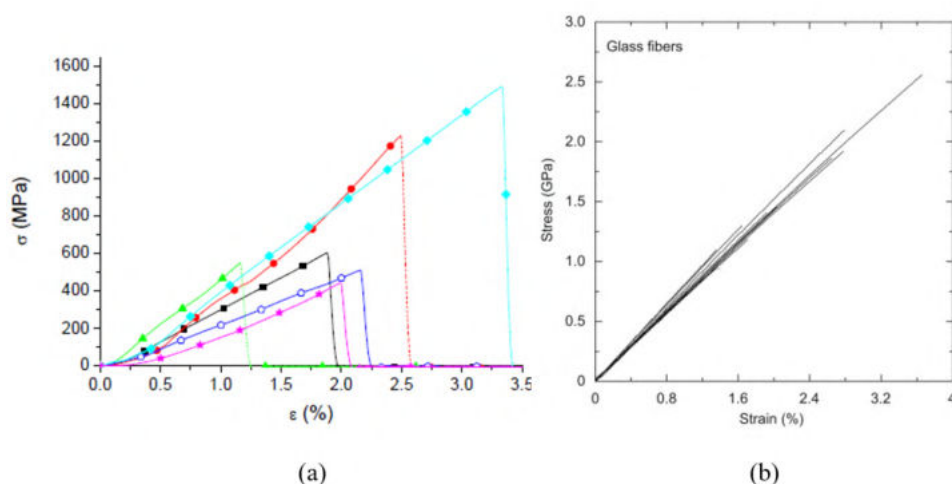


FIGURE 1.8 – Dispersion de résultats (en traction) entre fibres élémentaires de lin (a) et de verre (b) [60, 68]

#### 1.2.4.6 Interface fibre/matrice

Il a été étudié dans [69] la pénétration de la résine époxy au sein des parois cellulaires du lin. Il en ressort que la résine pénètre dans les parois cellulaires à travers la paroi primaire S1 voire S2. Alors, le décollement entre la fibre et la matrice se produit entre les parois pénétrées de résine et celles qui n'ont pas été atteintes par la résine.

Les mêmes auteurs ont également estimé la surface réelle de fibre de lin qui adhère avec la matrice époxy. Ils ont analysé deux espèces de lin (Electra et Hermes) par rapport à leur adhésion à la matrice. Cette analyse a été faite via des tests de micro extraction d'une fibre unitaire noyée dans la matrice. Les deux variétés de lin ont le même comportement au décollement mais leurs efforts de cisaillement



interfacial sont différents. On note comme valeurs de contrainte de cisaillement interlaminaire 22,5 MPa pour Hermes et 13,2 MPa pour Electra. La friction contribue à l'adhésion entre la matrice et la fibre et au transfert de charge. Mais, la fibre Electra, qui est très rugueuse, possède la contrainte de cisaillement interfaciale la moins élevée. Ainsi une analyse de la composition des fibres révèle une présence plus accrue de cires dans les fibres Electra que dans les fibres Hermes. On en conclut qu'une surface, même si elle est rugueuse, ne participe pas à la dissipation d'énergie et à un bon ancrage mécanique si elle est pourvue de résidus ayant une faible accroche comme la cire.

#### 1.2.4.7 Mode de rupture

En ce qui concerne les mécanismes de rupture de la fibre de lin, les travaux de Romhany et al. [70] ont montré que la rupture se passe en trois étapes. Primo, il y a apparition d'un clivage de la pectine entre les fibres élémentaires. Secundo, une fissuration transversale s'installe dans les fibres élémentaires. Et tertio on assiste à une fracture multiple des fibres élémentaires et de leurs micro-fibrilles.

#### 1.2.5 Les composites à fibres de lin

Les renforts lins pour les matériaux composites se présentent sous différentes configurations. On retrouve des tissus, des mats, des fils et des mèches (figure 1.9). On retrouve très peu souvent des monofilaments [71]. Au niveau de la mise en œuvre on distingue divers procédés mais les plus utilisés sont l'infusion sous vide, le moulage par transfert de résine, le moulage par compression et le moulage par injection.

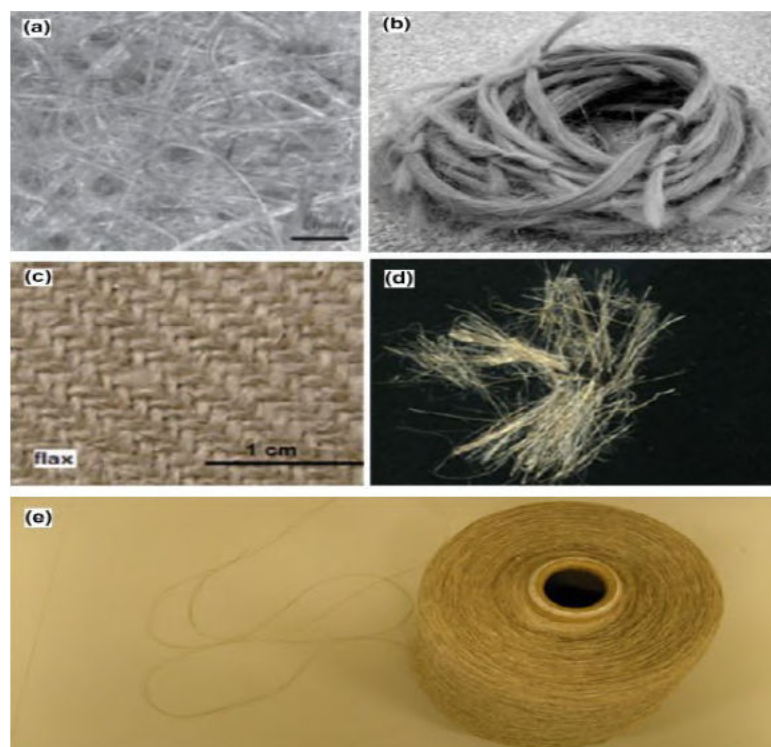


FIGURE 1.9 – Les différentes configurations du lin [71]

Plusieurs auteurs ont étudié le comportement mécanique des composites à renforts lin avec une matrice époxy. Les résines époxy présentent, par rapport aux autres résines, des propriétés mécaniques

élevées comme la résistance et le module en traction-compression. Elles possèdent aussi une grande résistance à la dégradation environnementale. Notons également que les résines époxy ont une très bonne capacité de réagir aisément avec les groupes hydroxyles des fibres de lin [22].

Hughes et al. [72] ont étudié le comportement mécanique en traction d'un composite UD/époxy et ont pu établir la relation contrainte-déformation en prenant en compte l'adhérence entre les fibres et la matrice. Il a été prouvé dans [73] que les charges en compression sont notamment supportées par la matrice tandis qu'en traction elles sont très influencées par le taux volumique de fibres. Les travaux d'Oksman [74] montrent que les composites lin arctique/époxy avec une résistance en traction de 280 MPa et un module spécifique de 29 GPa/g.cm<sup>-3</sup> possèdent des propriétés mécaniques bien plus élevées que celles des composites verre/époxy. Van de Weyenberg et al. [75] ont étudié l'influence du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques en flexion d'un composite UD/époxy et ont démontré que ce genre de traitement sur les fibres de lin permet efficacement d'augmenter l'adhérence fibre-matrice et par conséquent les propriétés en flexion du composite.

Le tableau 1.6 résume les travaux réalisés par différents auteurs par rapport aux propriétés mécaniques en traction de divers composites renforcés par des fibres de lin.

Lin	Mise en œuvre	V <sub>f</sub> (%)	σ (MPa)	E(GPa)	ε(%)	Réf.
Tissé 2D	TC	42,5	171	-	1,72	[76]
Toile	MPI	40	138	13	-	[77]
Sergé	MPI	40	126	13	-	[77]
UD	MPI	40	250	27	-	[77]
UD	ISV	31,4	282	18,5	2,4	[78]
UD	Pultrusion	50	32,5	24	-	[40]
UD	TC	43,1	318	-	-	[79]
UD	TC	60	280	27	1,65	[80]
UD	TC	60	357	33	1,93	[80]
UD	TC	46	235	23	1,51	[80]
UD	TC	32	132	15	-	[36]
UD	TC	40	133	28	-	[81]
UD	TC	40	218	18	-	[75]

Tableau 1.6 – Propriétés mécaniques de quelques composites à fibres longues de lin (TC : Thermocompression, MPI : Moulage par compression et ISV : Injection sous vide)

Des différentes études, il ressort que le comportement mécanique en traction des composites à fibres de lin est non linéaire [82] (figure 1.10). Initialement, on observe une partie linéaire de la courbe jusqu'à 2% de déformation puis on assiste à une diminution de la pente. Vient ensuite une partie non linéaire et à partir de 0.5 %, le comportement redevient linéaire jusqu'à la rupture.

De plus, il a été montré dans [83] qu'en jouant sur deux leviers on peut modifier les propriétés d'un composite lin. En effet, une augmentation de la quantité de fibres et une amélioration de leur alignement permettent d'augmenter les propriétés mécaniques du composite en traction.

L'effet de l'individualisation<sup>4</sup> des fibres de lin et de verre sur les propriétés mécaniques des composites époxy/UD mis en œuvre par thermocompression et possédant un taux de fibres de 70% a été étudié par Coroller et al. [66]. Alors que les composites à fibres de verre ont une évolution quasi linéaire, ceux à fibres de lin présentent deux zones : une non linéaire et une linéaire. Ceci a été également observé par Baley [65]. Ces études ont montré qu'une bonne dispersion des fibres au sein de la matrice augmente les propriétés mécaniques à rupture des composites puisque selon Coroller une meilleure individualisation entraîne une meilleure répartition des efforts. La figure 1.11 montre deux matériaux avec différentes

4. Séparation des fibres les unes par rapport aux autres

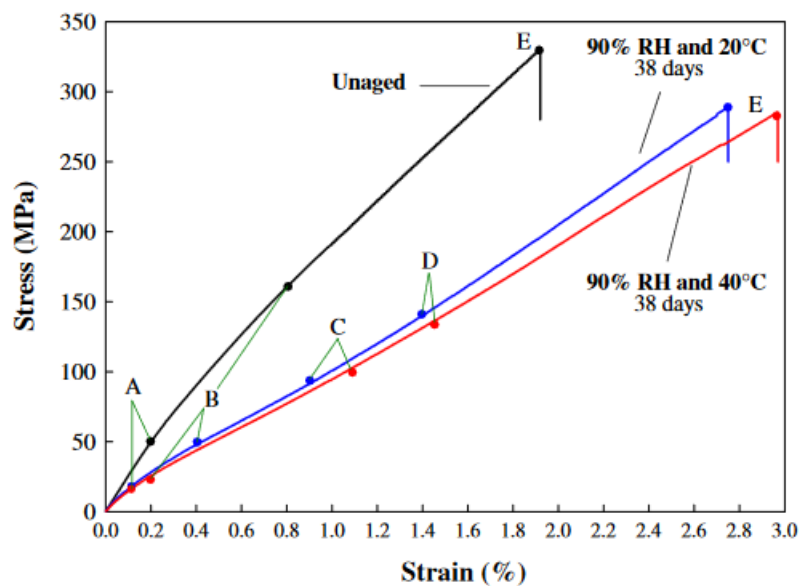


FIGURE 1.10 – Courbes contrainte-déformation de composites renforcés par des fibres de lin avant et après vieillissement hygrothermique [82]

individualisations. Le matériau d'Hermès (a) a une contrainte de rupture de 1066 MPa alors que celui d'Andreas (b) a une contrainte de 841 MPa. Ces chiffres indiquent bien la différence de propriétés entre les deux matériaux.

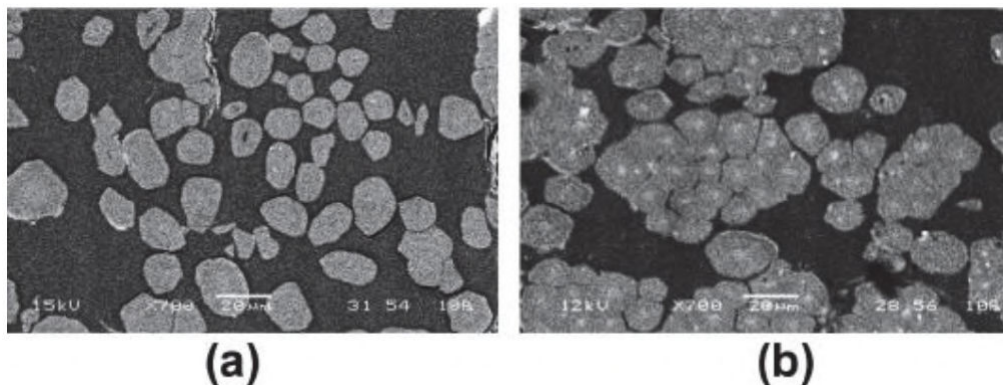


FIGURE 1.11 – Individualisation des fibres de lin dans le composite (images MEB). (a) Hermès, (b) Andrea [66]

Les études de Baley et al. [65] ont montré que l'hygrométrie des fibres de lin a une influence sur le comportement en traction d'un composite lin UD/époxy fabriqué par thermocompression. Les courbes en traction du composite et celles des fibres de lin seules ont la même tendance avec une zone initiale (faibles déformations) non linéaire et une seconde zone linéaire quand la déformation augmente comme le montre la figure 1.12. Le séchage des fibres avant la mise en œuvre n'a aucune incidence sur le module mais il fait réduire de 36% la contrainte et la déformation à rupture (la contrainte moyenne du composite à fibres non séchées est de 328 MPa environ alors que celle du composite où les fibres n'ont pas été séchées est de 210 MPa). Ce qui confirme le résultat trouvé sur les fibres de lin seules (diminution de 44% de la contrainte) [65].

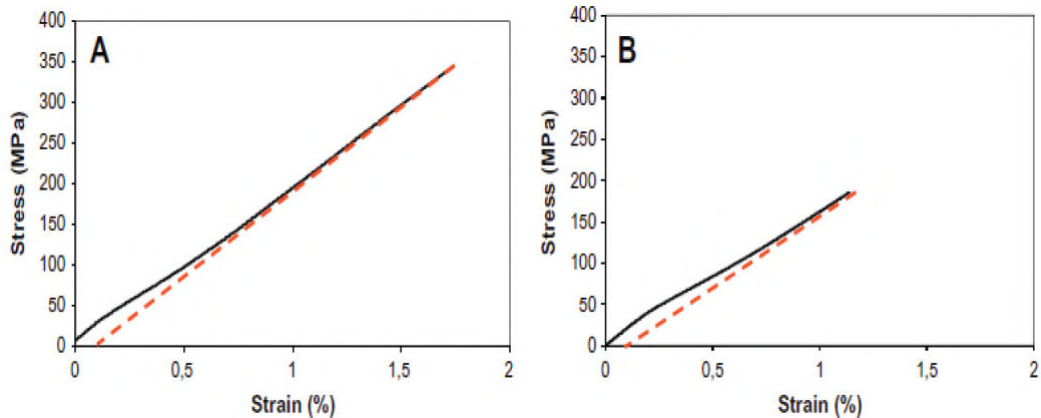


FIGURE 1.12 – Courbes contrainte-déformation de composite lin UD/époxy avec un taux volumique de fibres  $V_f$  fixé à 40%. (A) fibres non séchées et (B) fibres séchées

Les travaux de Poilâne et al. [80] ont montré qu'il y a une relation linéaire entre le taux volumique de fibres et le module ainsi que la contrainte (figure 1.13). Ils ont réalisé des tests de traction sur des composites lin UD/époxy en faisant varier le taux de fibres, la vitesse de chargement et la température d'essais. Pour un taux de fibres variant de 45 à 65 %, le module et la contrainte sont passés de 23 à 33 GPa et de 230 à 330 MPa respectivement. Au delà de 100°C, on assiste à une dégradation des propriétés mécaniques due à la dégradation des fibres mais entre 50 et 100°C, les propriétés ne semblent pas être impactées.

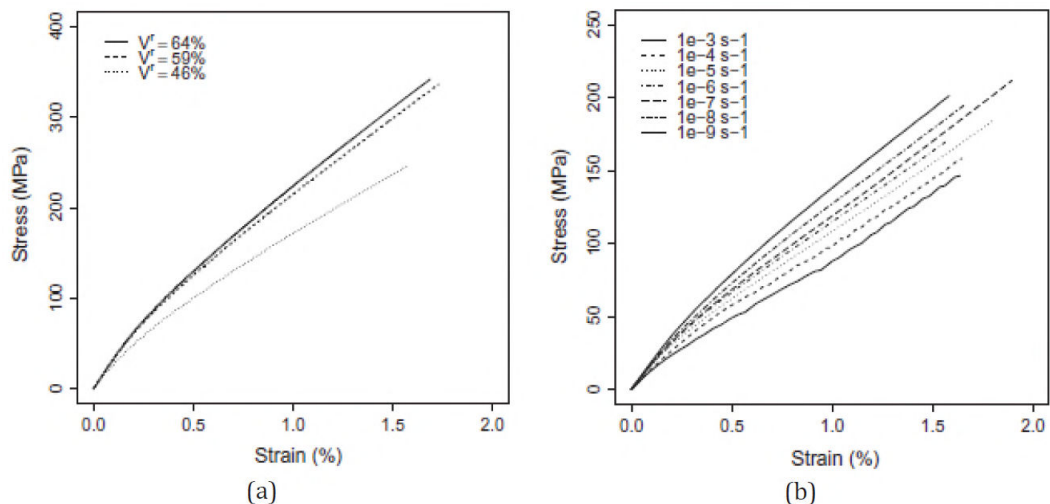


FIGURE 1.13 – Courbes contrainte-déformation de composite lin UD/époxy. (a) Effet du taux volumique de fibres,  $V_f$ , avec une vitesse de chargement fixée à  $10^{-6}s^{-1}$ , (b) Effet de la vitesse de chargement. [80]

### 1.3 Composites à fibres synthétiques : cas du carbone

#### 1.3.1 La fibre de carbone

Les fibres de carbone trouvent leurs applications dans les industries de haute technologie où sont requises des structures légères et résistantes, par exemple les domaines automobile, aéronautique et

équipement pour le sport. Les principaux atouts des fibres de carbone sont leurs excellentes propriétés mécaniques telles que la rigidité, la résistance à la traction, leur faible densité, leur haute stabilité thermique et leur conductivité électrique. On appelle fibre de carbone, des fibres qui contiennent 92% en poids de carbone dans leur composition [84].

Les fibres de carbone sont fabriquées à partir de plusieurs précurseurs tels que le polyacrylonitrile (PAN, qui est le principal précurseur), la poix, la rayonne, le polyester et le polyamide [85]. La figure 1.14 montre la structure de fibres de carbone fabriquées à base de PAN.

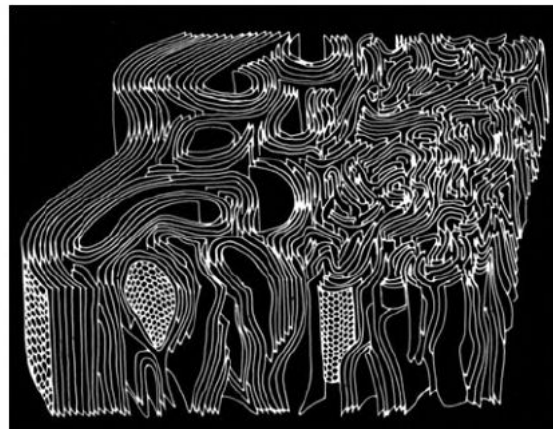


FIGURE 1.14 – Structure 3D de fibres de carbone fabriquées à base de PAN [86]

Ces fibres sont en général fabriquées sous la forme de filaments très longs et très fins dont le diamètre est de 10  $\mu\text{m}$  environ. Ces filaments sont ensuite transformés en fils, mèches, tissus ou encore en mats. Le filage s'effectue par extrusion et sous de fortes contraintes mécaniques et sous de forts gradients de température. Une oxydation est ensuite réalisée à basse température afin de rendre le fil infusible pendant la pyrolyse avant de faire subir au fil des traitements thermiques à hautes températures (carbonisation entre 700 et 1800°C). Enfin, un traitement de surface de type oxydation ou un film de résine polymérique est appliqué pour améliorer la qualité de l'adhérence entre les fibres de carbone et la matrice [87]. Le tableau 1.7 montre les propriétés de quelques fibres de carbone fabriquées à base de PAN.

Fibre	$\sigma_{\text{traction}}$ (GPa)	E(GPa)	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	A (%)	Densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Conductivité thermique ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	Résistivité électrique ( $\Omega\cdot\text{cm}$ )
Tenax HTS40	4,3	240	7	1,8	1,77	10	$1,6 \times 10^{-3}$
Hextow AS4	4,47	231	7,1	1,8	1,79	6,83	$1,7 \times 10^{-3}$
Hextow IM10	6,96	303	4,4	2,1	1,79	6,14	$1,3 \times 10^{-3}$
Torayca T300	3,53	230	7	1,5	1,76	10,47	$1,7 \times 10^{-3}$
Torayca T700GC	4,9	240	7	1,8	1,8	-	-
Torayca M35J	4,7	343	5	1,4	1,75	39,06	$1,1 \times 10^{-3}$

Tableau 1.7 – Propriétés de quelques fibres de carbone (à base de PAN) [88]

### 1.3.2 Comportement mécanique

Les matériaux composites renforcés à base de fibres de carbone n'ont pas le même comportement mécanique que les composites à fibres de lin. Les composites à renforts unidirectionnels de carbone affichent un comportement linéaire jusqu'à la rupture lorsqu'ils sont soumis à des essais de traction dans le sens des fibres. Le comportement est donc de type élastique fragile. Il correspond au comportement des fibres de carbones seules. La figure 1.15 montre le comportement d'un composite carbone UD/époxy et un composite verre UD/époxy (comparé au comportement de l'acier). On y retrouve également la rigidité spécifique de ces matériaux rapportée à leurs masses volumiques. On voit bien que le composite carbone adopte un comportement linéaire (comme le verre) et possède des propriétés mécaniques les plus élevées.

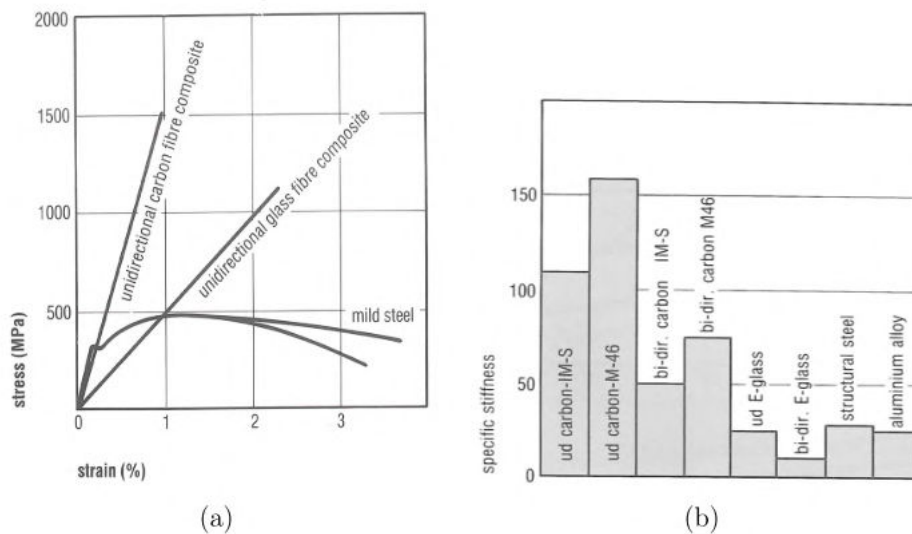


FIGURE 1.15 – Comportement mécanique de composites carbone et verre/époxy UD et 2D. (a) comportement en traction, (b) rigidité spécifique [89]

Le même type de comportement a été trouvé dans [90] dans le cadre de la caractérisation des composites carbone/PPS et carbone/nylon en traction (figure 1.16). L'endommagement est initié par une rupture des fibres suivie d'une fissuration transverse de la matrice, qui génère un faciès de rupture droit ou en escalier. Cet endommagement peut aussi être dû à une décohésion de l'interface fibre/matrice aboutissant à un faciès de rupture en peigne. Ces différents modes d'endommagement sont liés à la qualité de l'interface entre les fibres et la matrice.

Toutefois, d'après la littérature, s'il y a un facteur majeur qui modifie le comportement mécanique des composites carbone c'est l'orientation des fibres dans la matrice. Toubal et al. [91] ont travaillé sur la caractérisation d'un composite carbone/époxy avec différentes orientations  $0^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $45^\circ$ . Ils ont montré qu'avec une orientation de  $45^\circ$  des fibres, les composites montraient un comportement non linéaire tandis que pour les éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  le comportement est bien élastique fragile. Ce comportement non linéaire est synonyme, sous l'effet des sollicitations, d'une évolution continue d'un endommagement par microfissuration en premier lieu et ensuite par du délaminage. Notons que l'essai à  $45^\circ$  est souvent employé pour caractériser en cisaillement les matériaux.

### 1.3.3 Interface fibre/matrice

La performance finale d'un matériau composite ne dépend pas seulement des propriétés des fibres et de la matrice mais elle dépend aussi de la qualité de l'interface entre les fibres et la matrice. Une bonne

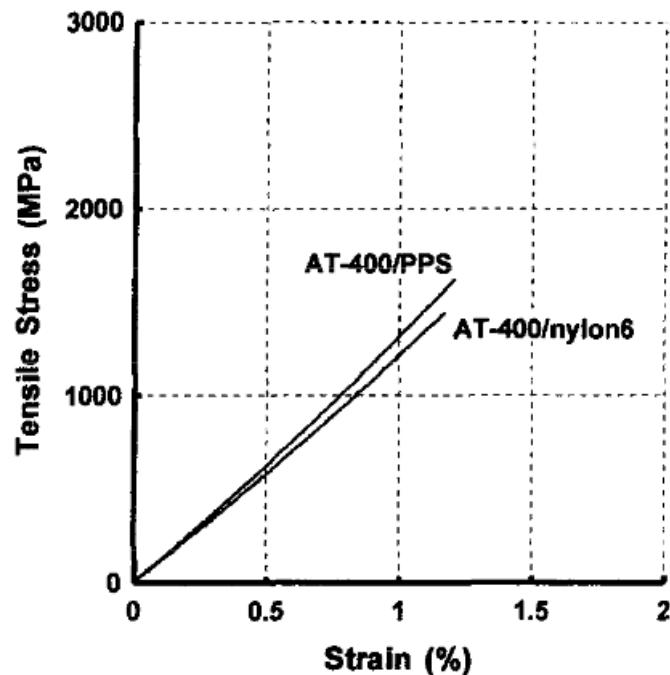


FIGURE 1.16 – Réponse mécanique en traction de composites carbone/PPS et carbone/nylon [90]

adhérence interfaciale confère aux composites une bonne intégrité structurale et un transfert de charge efficace de la fibre à la matrice.

Drzal et al. ont mené des investigations sur la relation entre les propriétés mécaniques de composites carbone/époxy et la résistance de l'adhésion interfaciale [92]. Trois composites à fibres de carbone (à base de PAN), dont deux ont subi des traitements de surface, ont été testés. Les traitements de surface ont pour but de renforcer la liaison entre les fibres et la matrice.

Les fibres du premier matériau n'ont pas subi de traitement de surface ; pour le second les fibres ont été traitées en surface (oxydation électrochimique) et pour le troisième matériau les fibres ont été traitées en surface et revêtues avec une couche d'époxy de 100 à 200 nm.

Après traitement de surface, il y a eu une importante amélioration de la contrainte de cisaillement interlaminaire. Le matériau dont les fibres n'ont pas été traitées ont montré un faible niveau d'adhérence tandis que celui dont les fibres ont subi un traitement de surface avec revêtement affiche un haut niveau d'adhésion en raison d'un meilleur transfert de contrainte entre la fibre et la matrice ; ce dernier a également indiqué une amélioration significative de la résistance et de la rigidité en flexion à cause du module élevé de l'interface qui a la capacité de supprimer la rupture interlaminaire. Selon leurs résultats, les valeurs de résistance (contrainte) étaient sensibles à l'adhérence de l'interface alors que les valeurs de module étaient relativement insensibles à la liaison interfaciale.

## 1.4 Les stratifiés hybrides

Un composite stratifié est composé de couches successives que l'on appelle *plis*. Ces plis peuvent être constitués de fibres de même nature ou de natures différentes. Dans ce dernier cas, on parle de *stratifié hybride*. Les plis peuvent avoir diverses configurations : fil, mat, tissu, etc.

Les stratifiés hybrides utilisent au mieux les propriétés des diverses fibres qui s'y trouvent. Il est important de noter qu'une stratification symétrique assure une bonne planéité du composite après le démoulage. On distingue deux catégories de stratifié hybride :



- des hybrides intercouches, constitués d'une suite de couches, chacun de nature différente ;
- des hybrides intracouches, constitués d'une séquence de plis identiques. Chaque couche comporte différents renforts. Par exemple, la couche peut être un tissu fait de différentes fibres.

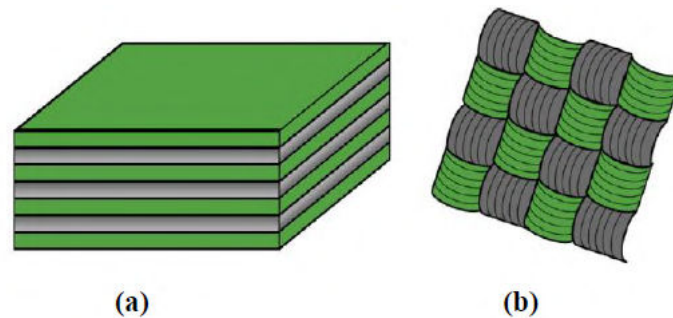


FIGURE 1.17 – Configurations des stratifiés hybrides. (a) Intercouches et (b) intracouches [93]

Dans la désignation du stratifié, chaque couche est indiquée par la nature des fibres qui la constituent (carbone, lin, verre, chanvre ...). Par exemple, la désignation «  $[C]_8$  » indique un stratifié composé de 8 plis de carbone.

Les renforts peuvent adopter différentes orientations, l'empilement peut être symétrique ou antisymétrique, etc. [6].

## 1.5 Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques

Les composites hybrides peuvent être fabriqués à base de fibres naturelles uniquement (exemple lin/chanvre), de fibres synthétiques (carbone/kevlar) ou encore une combinaison de fibres naturelle et synthétique (lin/carbone).

Dans le but d'améliorer les propriétés des fibres naturelles, une hybridation avec des fibres synthétiques peut être intéressante. Dans cette optique, plusieurs chercheurs se sont penchés sur l'hybridation des fibres naturelles avec des fibres synthétiques notamment des fibres de verre.

Davoodi et al. [94] ont étudié un composite hybride kénaf/verre avec une matrice époxy. Leur matériau trouvait son application dans les pare-chocs de voiture. Ils avaient pour but de trouver une solution alternative à un composite renforcé par des mats de verre dans une matrice thermoplastique. Leurs résultats ont montré que les propriétés mécaniques du composite émanant de la combinaison du kénaf avec du verre étaient clairement supérieures à celles du composite verre seul. L'hybridation du verre avec du kénaf a donc apporté de la résistance mécanique au composite initial en verre.

Des études ont été menées sur le comportement en traction et à l'impact de composites hybrides renforcés par des fibres de verre et de palmier au sein d'une résine époxy [95]. L'hybridation des fibres de verre avec des fibres de palmier a clairement amélioré les propriétés en traction et à l'impact du composite palmier seul. Une meilleure résistance à l'impact a été observée pour les composites hybrides lorsque les fibres de verre sont placées à l'extérieur.

L'hybridation de plis de verre et de jute dans une résine polyester a été analysée dans [96]. Des tests de traction, de flexion et de cisaillement ont été faits. Il a été montré que l'intégration des plis de verre dans le composite jute/époxy a amélioré les propriétés mécaniques du composite jute/époxy de départ. Ils ont pu observer que le changement de séquence d'empilement avait un grand effet sur la contrainte en flexion et en cisaillement des composites hybrides. En guise de conclusion, il a été souligné que le



stratifié hybride possédant deux couches de verre de part et d'autre des couches de jute était la meilleure combinaison en termes de propriétés mécaniques et d'un point de vue coût.

L'influence de l'hybridation sur des composite lin-verre avec une résine phénolique a été étudiée [97], en faisant varier la fraction volumique de verre. Les renforts sont des UD. Les auteurs ont également étudié l'influence de la séquence d'empilement entre plis de lin et plis de verre. En dehors des tests expérimentaux, ils ont utilisé la loi des mélanges pour prédire les propriétés des stratifiés hybrides en traction. Au vu des résultats, le composite verre présente évidemment des propriétés mécaniques élevées comparées à celles du composite lin comme le montre la figure 1.18a.

Deux types de rupture ont été considérés dans leurs travaux vu la différence entre l'allongement à la rupture des fibres de lin et celui des fibres de verre. Les fibres de lin rompent en premier si la fraction volumique du verre est importante mais le composite hybride devrait rompre pour un allongement à la rupture égal à celui du composite verre. Cependant, si la fraction volumique des fibres de lin est importante, le stratifié hybride devrait atteindre la rupture pour un allongement à la rupture égale à l'allongement à la rupture du composite lin. La figure 1.18b montre l'évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la fraction volumique des fibres de verre. On pourra remarquer que l'allongement à la rupture augmente avec la fraction volumique des fibres de verre.

Ils ont aussi démontré qu'avec l'augmentation de la fraction volumique des fibres de verre, les propriétés mécaniques, notamment le module d'Young des composites hybrides, se sont améliorées. Ce résultat est montré par la figure 1.19.

La séquence d'empilement a également un impact important sur les propriétés mécaniques des composites stratifiés hybrides. Nous pouvons remarquer ce résultat sur la figure 1.18a. Selon les auteurs de l'étude, la séquence d'empilement a un effet sensible sur la résistance en traction contrairement au module d'Young.

Toujours dans la même démarche que les auteurs précédents, Amico et al. [98] ont mené des investigations sur des composites hybrides à base de sisal et verre avec une matrice polyester. Divers tests ont été réalisés sur ces matériaux. Ils ont montré que la séquence d'empilement influence les propriétés mécaniques des matériaux hybrides. Leurs résultats ont également démontré que les composites hybrides sisal-verre avaient des propriétés mécaniques (module de flexion et résistance à l'impact, particulièrement) proches de celles d'un composite verre.

D'après ces différentes études, les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues lorsque les couches dont les fibres ont des performances mécaniques élevées (rigidité, résistance) sont placées à l'extérieur du composite.

## 1.6 Notion de porosité

### 1.6.1 Porosité dans les renforts fibreux

Un renfort à base de fibres, de par le degré d'organisation de son agencement, qu'il soit unidirectionnel, bidirectionnel, multidirectionnel ou mat, est un milieu considéré comme poreux. Et un milieu poreux est défini comme un solide qui contient des pores (petit interstice ou cavité contenue dans un solide, débouchant ou pas). Ces pores sont assimilés à des espaces vides dispatchés d'une manière plus ou moins régulière à travers le solide.

Dans un milieu poreux, il peut y avoir plusieurs classes de pores où chacune définit une possible échelle d'étude. Un renfort fibreux, comme le montre la figure 1.20 peut être caractérisé par trois différentes échelles [99] :

- échelle macroscopique : décrit l'ensemble du renfort ;
- échelle mésoscopique : liée aux pores situés entre les mèches et appelés macropores ou volumes inter-mèches ;

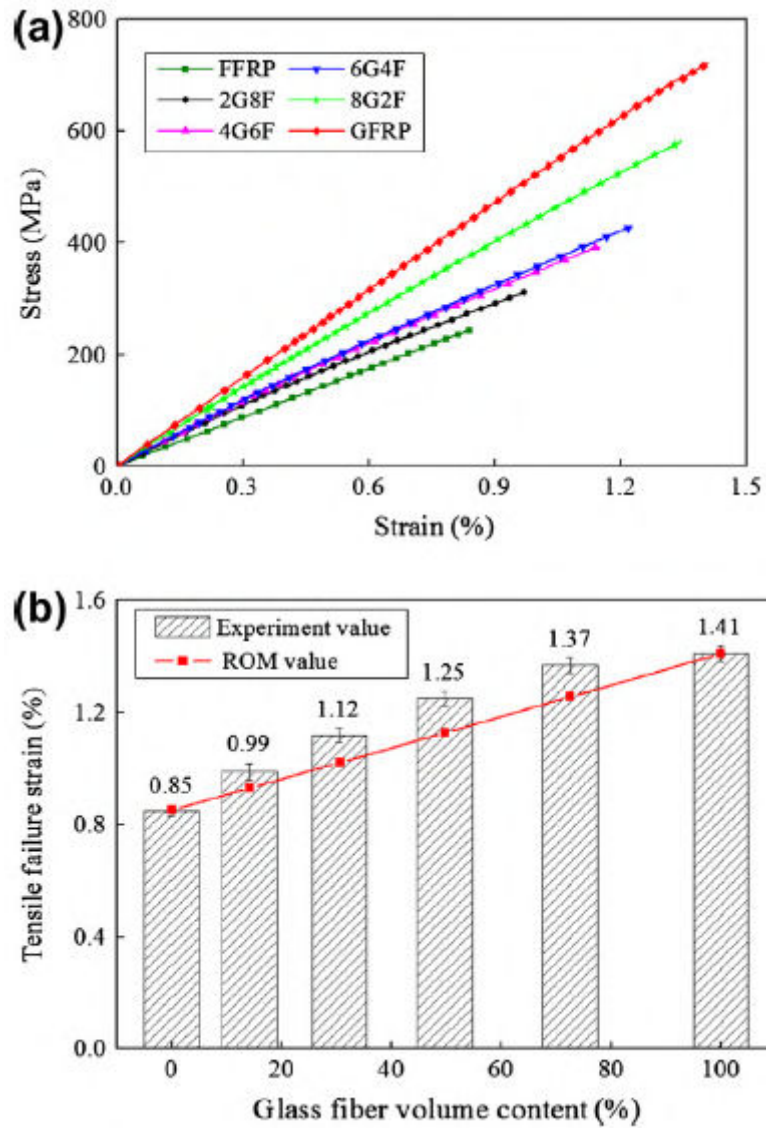


FIGURE 1.18 – Effet de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur des composites lin-verre/époxy. (a) Contrainte en fonction de la déformation et (b) Allongement à la rupture en fonction de la fraction volumique de verre [97]. (F : Flax (lin), G : Glass (verre), FFRP : Flax fiber reinforced Polymer (composite renforcé par des fibres de lin), GFRP : Glass fiber reinforced Polymer (composite renforcé par des fibres de verre), ROM : Rule of Mixtures (loi des mélanges))

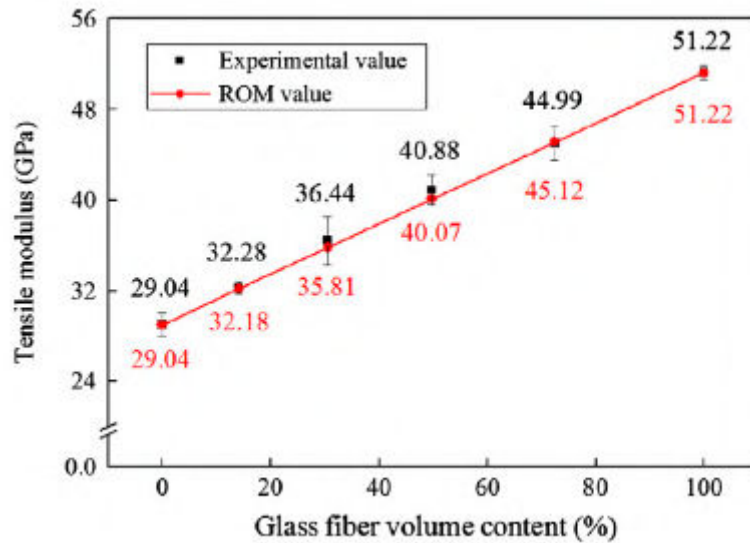


FIGURE 1.19 – Module d'Young de composites hybrides lin-verre/époxy en fonction de la fraction volumique des fibres de verre [97]

- échelle microscopique : relative aux pores situés entre les filaments au sein des mèches. Ils sont appelés micropores ou volume intra-mèches.

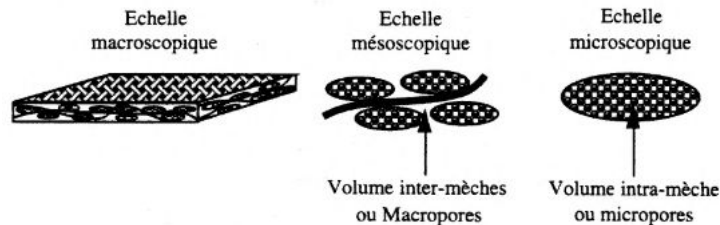


FIGURE 1.20 – Échelles liées aux renforts à base de fibres [99]

D'après Binetruy [99], les renforts fibreux peuvent être vus comme des milieux hétérogènes et poreux caractérisés par une distribution bimodale de tailles de pores : les macropores et les micropores. Le comportement des mats est régi par les macropores alors que celui des renforts textiles (UD, 2D, etc.) est plutôt régi par les micropores.

Il faut également noter que la distribution des pores conditionne l'écoulement de la résine dans les renforts.

Un certain nombre de paramètres définissent les milieux poreux en l'occurrence les renforts fibreux [100]. Ces grandeurs sont listées ci-dessous :

- nombre de plis dans la séquence d'empilement du renfort  $n$  ;
- épaisseur de la séquence d'empilement  $H$  ;
- masse surfacique du renfort  $G$  ;
- masse volumique du matériau  $\rho$  ;
- taux volumique de fibres  $V_f$ .

Cette dernière grandeur ( $V_f$ ) est équivalente au rapport du volume occupé par les renforts sur le volume du composite (assemblage matrice-renfort). Elle est donnée par la relation suivante :

$$V_f = \frac{n G}{\rho H} \quad (1.1)$$

C'est un paramètre déterminant en termes de propriétés mécaniques du matériau composite.

Quant à la porosité d'un renfort, elle est notée  $\Phi$  et correspond au rapport du volume occupé par le vide  $V_v$  au volume du composite  $V_{total}$ .

$$\Phi = \frac{V_v}{V_{total}} \quad (1.2)$$

Dans un renfort, la relation entre le taux volumique de fibres et la porosité est régie par l'équation suivante :

$$\Phi = 1 - V_f \quad (1.3)$$

## 1.6.2 Porosité dans les matériaux composites

### 1.6.2.1 Le concept

Dans un matériau composite, le défaut de porosité est défini comme étant de très petites cavités emprisonnant à priori de la matière gazeuse (figure 1.21).

Selon [101], on distingue deux types de pores (figure 1.22) : les porosités ouvertes composées de vides intercommunicants connectés à la partie extérieure du matériau et les porosités fermées qui sont isolées à l'intérieur du matériau et qui ne permettent aucune perméabilité.

En ce qui concerne la classification des porosités dans les matériaux (applicable donc aux composites), on parle, d'après les mesures de Schoeller réalisées en 1955 [101] au microscope optique, de microporosité lorsque le rayon des pores est inférieur à  $0,1 \mu\text{m}$ , de mésoporosité si le rayon est compris entre  $0,1 \mu\text{m}$  et  $2,5 \text{ mm}$ , et de macroporosité lorsque ce rayon est supérieur à  $2,5 \text{ mm}$ .

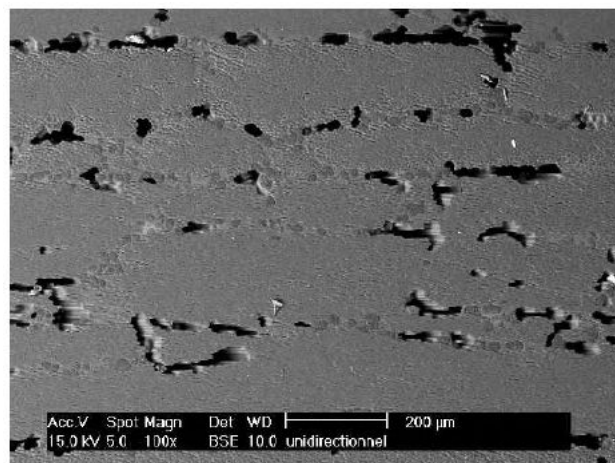


FIGURE 1.21 – Exemple de porosités dans un composite (Image MEB) [102]

Le concept de porosité est donc indépendant de la forme et des connexions entre les pores. Ce qui est uniquement considéré est le volume. Il est important de remarquer que pour les composites, les porosités correspondent, comparées aux fissures ou aux délaminages, à des interstices de petites tailles (inférieur ou égal à l'ordre du millimètre).

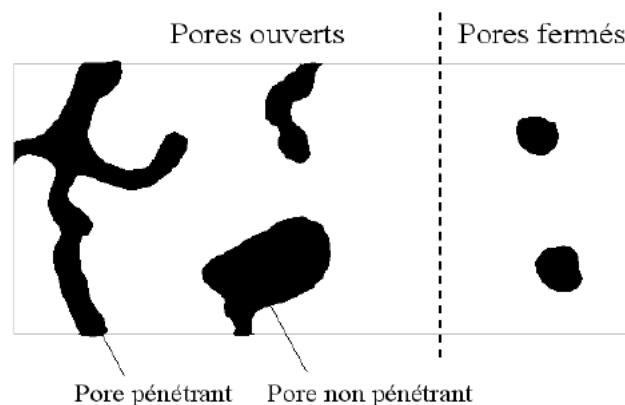


FIGURE 1.22 – Classification des porosités dans un composite [101]

### 1.6.2.2 Effet de la porosité sur les propriétés mécanique d'un stratifié

La porosité est une propriété très recherchée dans la fabrication de certains matériaux comme les mousses. Cependant, elle est très néfaste aux matériaux composites hautes performances.

Ce défaut qu'est la porosité a fait l'objet de plusieurs études durant ces dernières années. Selon la quasi totalité des études, en-dessous d'un certain seuil (0.5 à 1% en volume, suivant le matériau étudié) la porosité n'a pas d'impact sur les propriétés du composite si elle est répartie de façon équilibrée. Par contre, pour des taux de porosités élevés, les propriétés mécaniques du matériau se voient significativement affectées.

Même si les propriétés mécaniques en traction, compression et cisaillement plan [103,104] sont aussi affectées par la présence des porosités, ce sont les propriétés en cisaillement interlaminaire (ILSS) qui sont les plus touchées.

Plusieurs auteurs ont travaillé sur l'impact de la porosité sur le cisaillement interlaminaire pour des composites carbone/époxy. La figure 1.23 montre les résultats issus de leurs travaux et la disparité entre les résultats vient du fait que les travaux ont été menés sur différents types de fibres de carbone et sur différents types résines. On voit bien que pour l'ensemble de ces travaux la résistance en cisaillement interlaminaire diminue très rapidement avec le taux volumique de porosité. Ces résultats montrent donc que le cisaillement interlaminaire est très sensible à ces inclusions gazeuses que sont les porosités. Pour ces stratifiés carbone/époxy, la chute de la résistance en cisaillement interlaminaire a été évalué à 6% par unité de taux volumique de porosité.

Pour comprendre cette diminution de la résistance en cisaillement interlaminaire, les travaux de Wisnom et al. [105] montrent que des fissures trouvant leur origine dans les porosités sont initiées dès que ces dernières ont un diamètre équivalent supérieur à 2 mm. Ils démontrent aussi que la présence des porosités contribue à une diminution de la surface d'adhérence entre les fibres et la matrice, favorisant ainsi une rupture en cisaillement interlaminaire.

Afin d'expliquer la diminution des propriétés mécaniques des composites en traction et en compression des matériaux composites, en particulier la contrainte à rupture, une des raisons évoquées dans [106] est la déformation locale des fibres due à l'apparition et aux mouvements des porosités dans la matrice pendant le cycle de cuisson.

## 1.7 Mise en œuvre des matériaux composites

La qualité d'un matériau composite dépend de la qualité de sa mise en œuvre (choix du procédé, dispositions prises lors de sa mise en application ...).

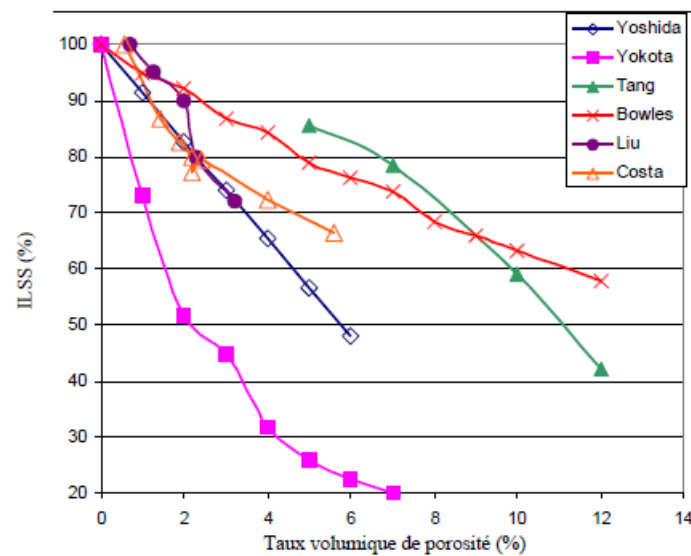


FIGURE 1.23 – Courbes variation relative de la résistance en cisaillement interlaminaire-taux de porosités pour des composites carbone/époxy [102]

Il y a différentes techniques pour élaborer les matériaux composites. Ces différentes techniques peuvent être classées suivant divers facteurs. Dans notre travail, nous nous intéresserons à une classification en fonction de la matière première. La matière première peut être livrée sous forme de *fibres préimprégnées* (le fournisseur imprègne le renfort avec la matrice avant réception) ou sous forme de *fibres sèches avec une résine liquide* (souvent le renfort et la résine sont achetés chez deux fournisseurs différents donc livrés séparément). Tandis que les préimprégnés sont limités en termes de mise en forme, celle des renforts secs avec une résine liquide donne plus de possibilités en termes de technologie de fabrication [107].

Les principales techniques de mise en œuvre des matériaux composites sont le moulage au contact, la pultrusion, l'enroulement filamentaire, les procédés par autoclave, les pré-imprégnés hors autoclave et le moulage liquide par injection sur renfort.

### 1.7.1 Moulage des préimprégnés

Cette technique utilise des renforts imprégnés par une matrice comme matière première. Les renforts se présentent sous forme de rouleaux ou de bandes. L'homogénéité de l'assemblage entre le renfort et la matrice est assurée par le fournisseur. On utilise en général des résines époxy mais des résines polyesters peuvent être également utilisées. La mise en forme de la matière consiste à enlever les films de protection des préimprégnés et à les disposer sur un moule métallique ou un moule en composite. Ensuite on se sert d'un ensemble d'éléments qui permettent d'assurer la mise sous vide de la pièce. Cet ensemble est composé de :

- un film démoulant perforé, qui sert de barrière entre l'empilage de plis de préimprégnés et les films supplémentaires ;
- un tissu drainant de résine qui a pour rôle de laisser passer l'excès de résine de la pièce et qui sert également à répartir la pression de compactage ;
- un film plastique qu'on appelle aussi vessie, étanche, couvre l'ensemble et est fermé sur les bords par du mastic pour assurer l'étanchéité de la pièce.

On utilise par la suite des composants qui assurent la mise en place d'une aspiration de l'air contenu dans la vessie afin de réaliser le vide (une pompe à vide par exemple). Cela permet d'avoir une première étape de compactage de la pièce sous l'action de l'air ambiant. Cette première étape de compactage sera suivie par une deuxième qui dépendra de la qualité souhaitée pour la pièce. Ce second compactage est réalisé à l'intérieur d'un autoclave qui permet d'assurer une pression de compactage pouvant, dans le cas des produits exigeant de hautes performances, aller jusqu'à 10 bars. Au même moment que la pression est apportée, la cuisson de la pièce s'effectue [107].

Ce procédé est largement utilisé dans le monde industriel de par sa simplicité de mise en œuvre mais nécessite un matériel coûteux et beaucoup de consommables. Même si le drapage des plis imprégnés fut pendant longtemps manuel, aujourd'hui des machines de drapage automatique sont utilisées dans le but d'améliorer les produits finis et d'en assurer la reproductibilité.

Cette méthode a pour avantages de fournir à chaque pli des caractéristiques mécaniques élevées et d'améliorer les conditions de travail des opérateurs. Toutefois, elle possède certains inconvénients tels que la nécessité d'un lourd investissement : autoclave, azote pour mettre en pression l'ensemble de l'autoclave, machine automatique pour le drapage, le coût important du stockage des matières premières ...

Cette technique s'applique aux pièces moyennement complexes en termes de géométrie et aux séries de toute taille [108].

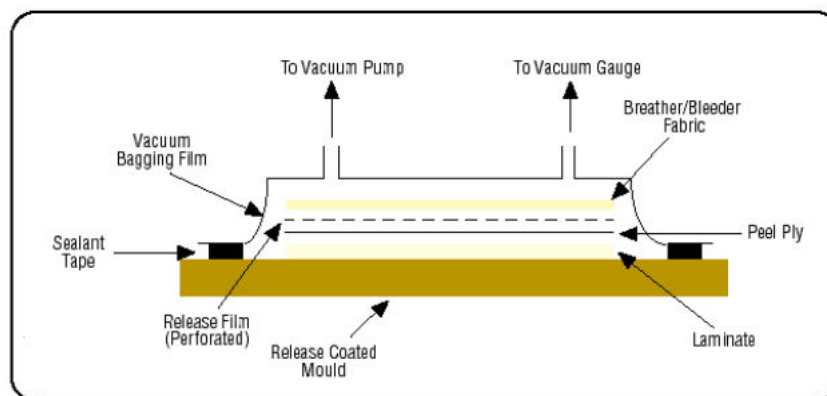


FIGURE 1.24 – Principe du moulage au sac de préimprégnés [109]

## 1.7.2 Le moulage par compression

Le moulage par compression est une technique qui est surtout adaptée à la fabrication des pièces en grandes séries car il demande des équipements très coûteux (moule et contre-moule massifs, presse, système de chauffe dans le cas d'un moulage à chaud) [107].

La mise en forme par compression consiste à disposer dans un moule les composants préimprégnés. Sous l'action du coulisseau de la presse, le contre-moule applique une pression sur le volume de matière qui se trouve à l'intérieur du moule. Le renfort et la matrice se déplacent afin de remplir la cavité de l'outillage. Souvent, les pressions exercées sont de l'ordre de 20 à 40 bars [107]. Pour pouvoir augmenter la cadence (la cadence normale est de 4 à 12 pièces l'heure [108]), une polymérisation partielle est effectuée à l'intérieur du moule et la pièce est ensuite retirée afin que la polymérisation puisse continuer à l'extérieur du moule. Ceci permet à l'outillage d'accueillir plus rapidement une nouvelle pièce à fabriquer.

Il existe des variantes de ce procédé. Cela consiste à utiliser des renforts livrés sous forme de rouleaux. Des feuilles de renforts préimprégnés appelées SMC (Sheet Moulding Compounds) sont décou-

pées à la taille voulue et disposées dans l'outillage [107].

Cette méthode permet d'avoir un produit fini ayant deux faces lisses et similaires à celle du moule [108].

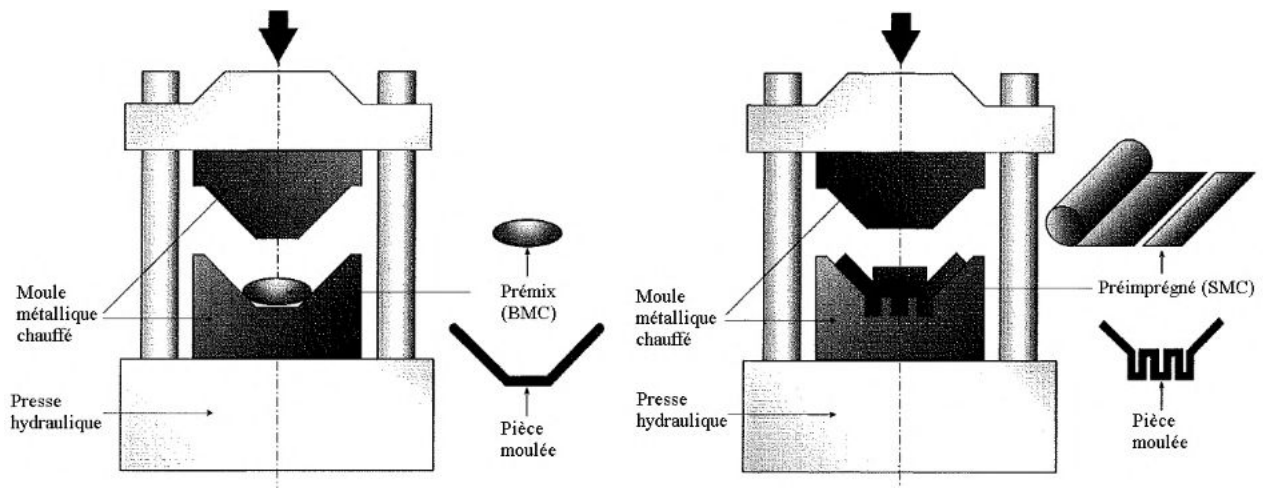


FIGURE 1.25 – Moulage par compression (BMC et SMC) [107]

### 1.7.3 Moulage au contact

Le moulage au contact est l'une des techniques d'élaboration des matériaux composites les plus basiques. Il est assujéti au savoir-faire de l'opérateur qui va déterminer la qualité de la pièce. Cette technique est largement utilisée dans le cas des pièces unitaires ou des pièces de grandes dimensions. Elle fait appel à des renforts secs et à une matrice liquide.

Le principe est de disposer le renfort sur un moule et de l'imprégner avec un mélange de résine et de catalyseur. Après que les premières couches imprégnées de résine soient gelées, on applique d'autres couches jusqu'à ce que la pièce complète soit imprégnée. À chaque mise en place d'un pli, il est important d'enlever les bulles contenues éventuellement dans la résine à l'aide d'un pinceau ou d'un rouleau. Le démoulage se fait des heures après, le temps que la pièce se polymérise à température ambiante. Il faut ensuite placer la pièce dans une étuve afin d'achever le cycle de polymérisation de la résine.

Cette méthode a plusieurs avantages. On peut citer par exemple le faible investissement financier et la réalisation de pièces de petites ou moyennes séries, de toutes dimensions sans restriction.

Le principal inconvénient de cette technique est que la qualité du produit fini est totalement tributaire de la maîtrise de l'opérateur. Ainsi, la répétabilité du procédé est définie par le niveau de qualification de celui qui réalise la mise en forme. De plus, la géométrie du moule n'est pas toujours adaptée à de bonnes positions de travail. La qualité de la pièce dépend aussi de l'état de surface initial du moule (seule une face aura un bon état de surface). La proportion de fibres n'est pas maîtrisée et elle peut varier de 10 à 50% en volume. De ce fait, les propriétés mécaniques peuvent évoluer proportionnellement à la fraction volumique de fibres du composite final [108]. Le degré de compactage ainsi que l'épaisseur de la pièce peuvent également être variables [107].

Afin de s'affranchir des étapes manuelles qui impactent la qualité de la pièce composite, il est possible d'automatiser ce procédé. Cette automatisation porte le nom de *projection simultanée* [107]. La projection se fait à l'aide d'un pistolet alimenté en résine et en fibres longues coupées. À l'intérieur du pistolet se trouve un couteau qui vient couper les fibres et les projettent sur un moule initialement préparé. Cependant l'un des problèmes de cette méthode est l'utilisation de fibres coupées (5 à 25 mm de long) ;



ce qui va influencer les propriétés mécaniques du matériau composite puisqu'il n'y a pas continuité de renfort [108].

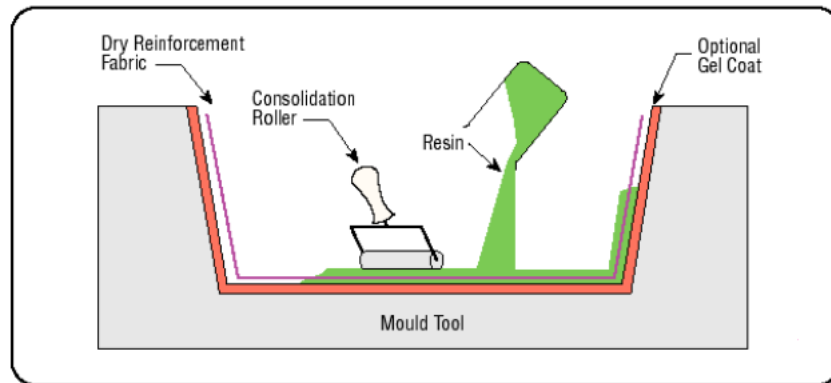


FIGURE 1.26 – Principe du moulage au contact [109]

#### 1.7.4 Enroulement filamentaire

L'enroulement filamentaire permet d'obtenir principalement des pièces de révolution dont les états de surface sont propres. Les fibres longues sont enroulées ensemble avec la résine sur un mandrin. Il est aussi possible de réaliser une préforme de la pièce par enroulement des fibres sèches et faire par la suite l'imprégnation du renfort à l'aide d'un outillage fermé.

Un dispositif automatisé permet de récupérer les fibres des bobines de fils chargés sur la machine et de les faire passer dans un bain de résine avant de les disposer sur le mandrin en mouvement de rotation. Il est nécessaire d'assurer une coordination entre vitesse de rotation et vitesse de déplacement du dispositif de dépôt des fils, afin d'obtenir une couverture régulière de la surface du mandrin. La fabrication se déroule en étapes pour pouvoir laisser chaque couche se polymériser. Plusieurs couches sont nécessaires pour obtenir l'épaisseur de la pièce souhaitée.

On distingue trois grandes classes d'enroulement : enroulements circonférentiel, hélicoïdal et satellite [107] (voir figure 1.27).

Ce procédé, même s'il a l'avantage de s'appliquer aux pièces de grandes dimensions et de moyennes ou grandes séries, demande un lourd investissement en termes d'équipements (machines et mandrins) car il faut un mandrin par type de pièce réalisée [108].

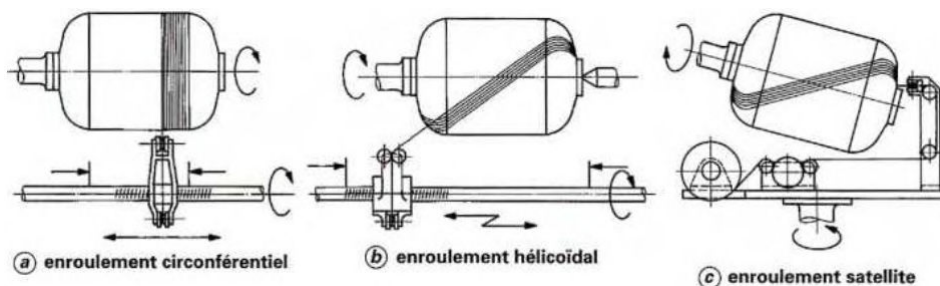


FIGURE 1.27 – L'enroulement filamentaire dans ses trois variantes [107]

### 1.7.5 Moulage par pultrusion

Cette méthode d'élaboration des composites a pour but de créer des profilés composites droits ou courbés où les fibres sont orientées dans la direction d'extrusion. Les fibres sèches passent dans un bain de résine puis sont conduites dans une filière en vue d'être moulées. À la sortie de la filière, le profilé entre directement dans un four pour être polymérisé, comme le montre la figure 1.28.

Le moulage par pultrusion permet d'avoir des taux de fibres relativement élevés ; ce qui augmentera les propriétés mécaniques des composites particulièrement les modules élastiques. Ce procédé est également très intéressant pour une production de pièces en continu. Le procédé peut également être couplé à une machine de découpe pour créer des profilés au gabarit souhaité.

Cette technique possède néanmoins quelques inconvénients. Elle n'est applicable qu'au formage de profilés et de pièces ayant une géométrie spéciale. De plus, elle est très coûteuse vu le nombre de constituants qui composent la chaîne de fabrication et chaque profilé nécessite sa propre filière [108].

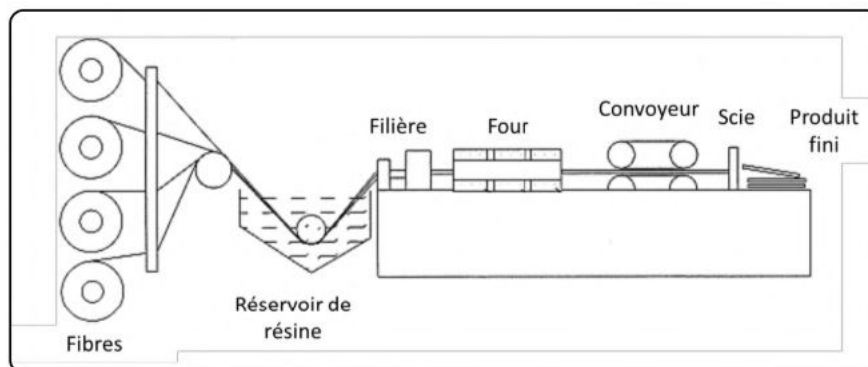


FIGURE 1.28 – Principe du moulage par pultrusion [108]

### 1.7.6 Moulage par transfert de résine (Resin Transfer Molding RTM)

Le RTM est basé sur l'utilisation d'un moule et d'un contre-moule de manière à avoir une pièce lisse sur ses deux faces. On place l'empilement de renforts secs dans le moule, après avoir préparé ses deux surfaces. La résine est ensuite injectée sous pression dans ce moule de façon à imprégner le renfort. L'épaisseur du composite final dépend de l'espace entre les deux faces du moule.

Il existe plusieurs variantes du RTM :

- le RTM classique : utilise simplement un moule et un contre-moule ;
- le VARTM (Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding) : une pompe à vide est placée à la sortie du moule. La résine est alors envoyée dans le moule en pression-dépression. Cette technique aide la résine à mieux se propager dans le renfort. Elle réduit partiellement les pertes de charges que la résine subit lors de son passage dans les fibres ;
- le RTM light : utilise uniquement la partie inférieure du moule. On remplace dans ce cas le contre-moule par un sac à vide. Ce qui allège l'investissement au niveau du moule. Il faut cependant, lors de la fabrication des pièces, ajouter des tissus environnants (tissu d'arrachage, de drainage, etc.).

En ce qui concerne les procédés RTM, l'état de surface de la pièce finale dépend directement de l'état de surface du moule.

L'avantage de ce procédé est l'élaboration de pièces à géométrie complexe, à épaisseur et taux volumique de fibres contrôlés. L'inertie thermique du moule permet également d'avoir d'écourter les cycles de polymérisation. Cependant, l'utilisation d'un moule en deux parties peut faire augmenter le coût de

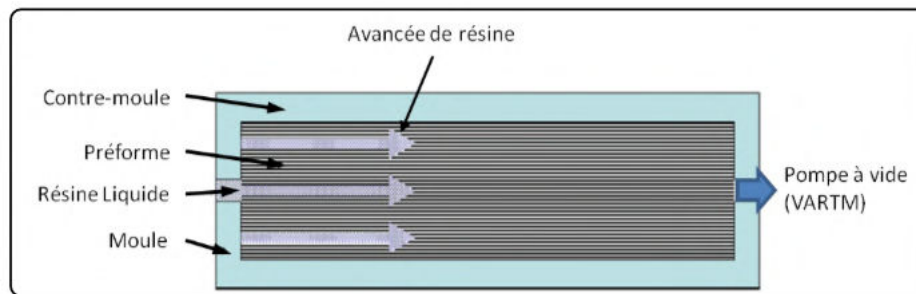


FIGURE 1.29 – Principe du procédé RTM [108]

l'investissement. Ajoutons aussi que, pour les pièces à très grandes dimensions, il est difficile de remplir complètement le moule [108].

### 1.7.7 Infusion de film de résine (Resin Film Infusion RFI)

Cette méthode consiste à déposer une couche de résine solide sur le moule. On dispose ensuite les plis de tissus préformés sur cette couche de résine. On peut rajouter au-dessus de ces plis une plaque perforée de manière à améliorer l'état de surface de la pièce finale. Un tissu absorbant est placé sur cette plaque perforée, dont le but est d'absorber l'excès de résine. Pour assurer l'étanchéité, l'ensemble est mis sous une bâche. La résine se liquéfie sous l'action combinée d'un cycle de chauffe et d'un cycle de cuisson ; cette résine liquide imprègne la préforme dans son épaisseur. Le cycle de chauffe permet de réduire la viscosité de la résine et d'en augmenter l'infusibilité. Quant au cycle de pression, il sert à maintenir la préforme et à évacuer l'air des tissus ; ce qui conditionne donc l'épaisseur du produit fini [108].

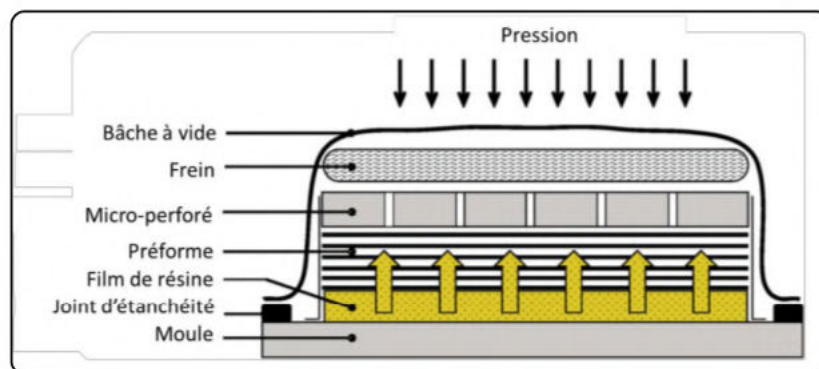


FIGURE 1.30 – Principe du procédé RFI [108]

### 1.7.8 Infusion de résine liquide (Liquid Resin Infusion LRI)

Basé sur l'imprégnation de renforts secs dans leur sens transversal, le procédé LRI est couramment utilisé dans la fabrication des matériaux composites. L'imprégnation du renfort se fait sous le seul effet d'un tirage de vide. Contrairement au RFI, la résine traverse le renfort de haut en bas. Des tissus environnants doivent être mis en place lors de la réalisation du procédé. Le tissu d'arrachage permet de séparer la bâche à vide de la pièce composite alors que le drainant permet d'accélérer le flux de résine sur le renfort afin d'avoir une alimentation en résine de façon quasi instantanée sur toute la face supérieure de la pièce à fabriquer. Le rôle du frein est de stopper la résine en fin d'infusion et de l'empêcher de remonter dans

le circuit de vide. Le joint assure l'étanchéité et son action combinée avec celle de la bache à vide permet d'obtenir le vide dans les renforts secs. Sur le moule, sont disposés l'empilement du renfort et les tissus environnants comme nous pouvons le voir sur la figure 1.31. Le moule se prépare en amont à l'aide d'un agent démoulant ; cette opération facilite le démoulage de la pièce composite.

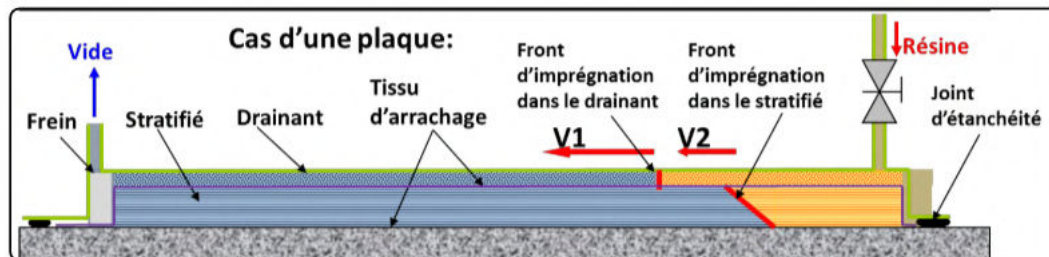


FIGURE 1.31 – Principe du procédé LRI [108]

La technique LRI offre de nombreux avantages qui font d'elle une technique à forte valeur ajoutée :

- réduction de l'investissement du fait de remplacer le contre-moule par une bache à vide. Il n'est nécessaire d'acheter le moule et les tissus environnants ;
- réduction considérable du chemin de la résine dans le renfort due à l'infusion en épaisseur (les épaisseurs des pièces composites sont beaucoup plus faibles que les longueurs) ;
- évacuation des bulles d'air résiduelles dans la préforme due à la technique du tirage de vide lors de la progression de la résine dans l'épaisseur ;
- le facteur précédent contribue à une amélioration de la qualité du composite en termes de taux de porosités ;
- le faible chemin parcouru par la résine permet d'éviter l'apparition de zones sèches et le découplage des phases d'imprégnation et de polymérisation de la résine. On entend par zones sèches les zones non imprégnées de résine ou zones à forte porosité ;
- obtention de composites à un taux volumique de fibres de l'ordre de 60% ; ce qui améliore les propriétés mécaniques du matériau composite.

Quelques limites sont cependant à relever. De nombreux paramètres sont importants à maîtriser :

- déphasage de vitesses de propagation de la résine entre les plis supérieurs et les plis inférieurs ;
- pertes de charge dans les tissus ;
- température et temps de gel de la résine ;
- température d'infusion de la pièce ;
- conditions d'infusabilité ...

Ces phénomènes physiques complexes doivent être déterminés expérimentalement. Pour obtenir l'épaisseur et le taux de fibres souhaités, il faut donc passer par une phase de développement importante [108].

## 1.8 Compaction de renforts pour matériaux composites

### 1.8.1 Le mécanisme de compaction

La compaction est un phénomène qui a lieu pendant la mise en œuvre des composites. Elle est induite pendant le préformage ou pendant l'injection de la résine [110]. Il est donc important de connaître

le comportement en compaction des renforts fibreux afin de mieux comprendre les procédés de fabrication des composites, notamment les procédés de type LCM (Liquid Composite Molding), le moulage des composites par injection et infusion. Pour le procédé RTM par exemple, la connaissance du comportement en compaction sert à avoir une idée sur les forces de fermeture du moule afin de mieux le dimensionner ainsi que de mieux dimensionner les systèmes de fermeture. En infusion ou en autoclave, cela sert à connaître la répartition de la pression dans le composite lors de l'étape de consolidation. Ceci est également utile pour une meilleure définition des stratégies de préformage. La compaction du renfort peut être réalisée par contrôle de l'épaisseur ou de la pression de compaction. Pour contrôler l'épaisseur, un moule et un contre-moule rigides sont réglés de telle manière à obtenir l'épaisseur souhaitée. En ce qui concerne le contrôle de la pression de compaction, une bache à vide ou une membrane remplace le contre-moule et l'on impose la pression de compaction par tirage de vide ou en pressurant l'extérieur de la membrane. La solution la plus économique est celle où l'on contrôle la pression de compaction mais, il faut connaître le comportement en compaction du renfort pour savoir la pression qu'il faudra appliquer pour avoir l'épaisseur souhaitée [111].

En termes de caractérisation mécanique, l'essai de compaction consiste à appliquer des pressions perpendiculaires au plan du renfort. Le but de ce test est de quantifier le changement d'épaisseur du renfort ou le taux volumique de fibres en fonction de l'effort appliqué [110].

### 1.8.2 Le comportement d'un renfort fibreux en compaction

Un ou plusieurs plis de renfort (empilés) peuvent être utilisés en vue d'un test de compaction. Lorsque, les couches sont empilées et qu'aucune pression n'est mise en place, les couches ne sont en contact qu'en un nombre faible de points. Les efforts de frottement aux points de contact empêchent le glissement des éléments du renfort (mèches, fibres). Quand une pression de compaction est appliquée, elle domine les efforts de frottement entre les fibres et entre les mèches; et le glissement des fibres s'effectue à deux échelles (microscopique et mésoscopique). D'un point de vue microscopique, les filaments des mèches glissent et remplissent les espaces libres entre eux; ce qui réduit les pores entre les fibres et aplatit les faisceaux de fibres en des ellipses allongées. À l'échelle mésoscopique, les mèches glissent, de façon simultanée dans les plus grands espaces disponibles aux endroits où l'empilement n'est pas stable. Les faisceaux de chaîne et de trame se réorientent légèrement afin de s'adapter aux changements de la géométrie microscopique locale. Ceci donne lieu au phénomène de *nesting* (imbrication ou enchevêtrement) et de tassement entre les couches. Ces mécanismes, seuls et combinés, déterminent la microstructure initiale irréversible de la préforme. Dans ces phénomènes, la réduction de l'épaisseur provient presque entièrement de la compressibilité apparente de l'espace interstitiel entre les fils et non de la compressibilité du renfort fibreux [112].

La figure 1.32 montre une courbe typique d'un essai de compression. Il y est tracé l'évolution de l'épaisseur en fonction de la pression de compaction. Initialement, la compaction suit un régime linéaire lorsque la résistance est quasi nulle. En raison de l'augmentation de la pression de compaction, a lieu ensuite un comportement non linéaire. Le nombre de points de contact augmente avec la pression de compaction et la déformation de la mèche, alors que le frottement, plus élevé entre les fibres, s'oppose à la déformation. Dans ce régime instable, la topologie du réseau fibreux évolue de manière aléatoire en changeant continuellement le nombre de points de contact et la rigidité. Il a été montré dans [113] que la surface réelle de contact dans un matériau fibreux augmente exponentiellement avec la charge. Dès lors que les plus grands espaces sont remplis et les espaces interstitiels restants sont disposés dans une structure plus stable, la déformation totale entraîne la compaction des mèches de fibres. Les mèches, modélisées comme des ondes sinusoïdales, voient leur amplitude diminuer ainsi que leur section. Enfin, suite à une augmentation supplémentaire de pression, on obtient le troisième régime de compaction. Il est linéaire. À ce stade, les mèches sont pour la plupart aplaties, les fibres en contact et les pores des espaces interstitiels s'isolent et sont entourés par de la matière solide. La compression de tels pores est supposée être fonction de celle de la fibre élastique. Dans ce dernier régime, d'un point de vue

microscopique, la géométrie de la préforme atteint un état solide uniforme et cohérent [112].

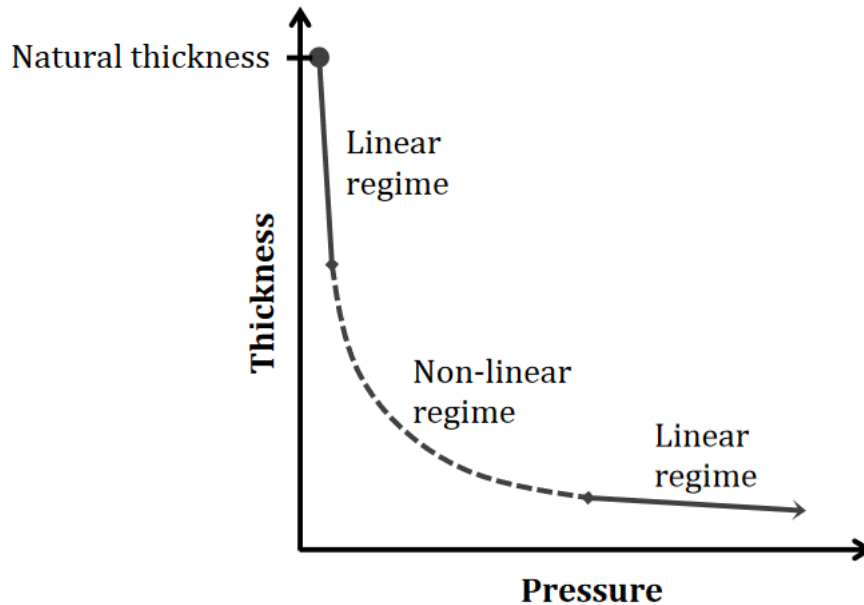


FIGURE 1.32 – Réponse typique d'un renfort fibreux en compaction. Courbe épaisseur-pression [112]

Bickerton, Buntain et Somashekar [114] ont rapporté dans leurs travaux que les renforts affichent un comportement viscoélastique sous chargement de compaction. Ceci voudrait dire que ce comportement varie en fonction du temps et de l'historique de compaction. Pour des sollicitations pilotées en déplacement, la figure 1.33 résume les principaux phénomènes résultant de cette viscoélasticité.

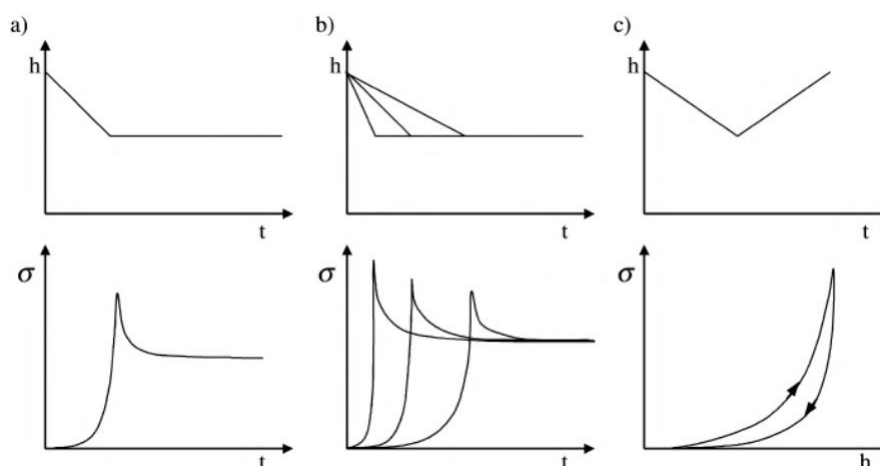


FIGURE 1.33 – Phénomènes résultant du comportement viscoélastique en compaction des renforts. (a) Relaxation, (b) Dépendance à la vitesse de sollicitation et (c) Hystérésis [114]. Au-dessus on a le déplacement imposé en fonction du temps alors qu'en-dessous on a la réponse du renfort en contrainte

La relaxation traduit une diminution de l'effort de compaction dans le temps lorsqu'un renfort est compacté et maintenu à une épaisseur fixée. Le second phénomène est la dépendance à la vitesse de

chargement. Et le troisième est l'hystérésis<sup>5</sup> entre courbes de compaction et de décompaction.

Ces trois phénomènes sont également valables pour une compaction pilotée en effort. Dans ce cas, en lieu et place de la relaxation on a le fluage. Le fluage se manifeste par une diminution de l'épaisseur du renfort au cours du temps lorsqu'il est compacté à effort ou à pression constante.

### 1.8.3 Les phénomènes physiques en présence

Plusieurs facteurs peuvent influencer le comportement des renforts d'après les différents travaux consultés dans la littérature. Ces facteurs sont la vitesse de compaction [2, 115–117], le recompactage (le nombre de cycles exercés sur le renfort) [2, 118, 118–121], la lubrification [116, 117, 119, 122], l'architecture du renfort ou encore l'épaisseur du renfort [117, 123].

Mais dans cette section, nous allons plus nous focaliser sur les phénomènes physiques qui ont lieu au cours de la compaction d'un renfort sec et qui sont de nature à influencer le comportement de ce dernier.

#### 1.8.3.1 Frottement entre les fibres

D'après [124], le frottement entre les fibres à diverses échelles a une forte influence sur le comportement des renforts en compaction.

Dans [125], les auteurs ont étudié les phénomènes de frottement entre les fibres. Il en ressort de leurs études que des traitements de surface (oxydation dans ce cas) réalisés sur deux fibres de carbone avaient une influence sur leur comportement en friction. En effet, la modification de la rugosité engendrée par l'oxydation est à l'origine du changement de comportement en friction.

Certains chercheurs ont étudié la friction entre des torons de fibres [126]. Ils ont pu voir qu'avec l'augmentation de l'humidité relative, le coefficient de frottement entre deux torons de fibres de carbone diminuait. Ceci est dû à la lubrification apportée par l'eau. Par contre, ils ont aussi montré que l'ensimage réalisé sur les fibres n'avait pas d'impact important sur la friction entre les deux torons.

Différents auteurs ont étudié la friction entre des couches de tissus bidirectionnels. Pour certains, le but était de mesurer le coefficient de frottement dans le cadre de la mise en place d'un modèle de compaction [127] alors que pour d'autres, le but était de mieux comprendre comment les couches glissent les unes par rapport aux autres [128]. Ces auteurs ont montré que le frottement entre deux couches de tissu était un phénomène complexe en raison de la non-planéité de la surface de contact entre les deux couches. Hivet et al. [128] ont montré que le coefficient de frottement évolue sinusoïdalement avec le temps. Ils ont expliqué ceci par le fait qu'un toron d'une couche passe sur un autre toron parallèle d'une autre couche. Par la suite, ils ont réalisé des essais de friction répétés sur un même tissu et se sont intéressés à l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles. Les résultats montrent que le coefficient de frottement diminue en fonction du nombre de cycles et il devient constant quand le nombre de cycles devient de plus en plus élevé. Ce comportement est expliqué par la réorganisation des fibres dans le tissu et à une sorte de polissage des fibres dû à l'abrasion générée par le frottement.

#### 1.8.3.2 Réorganisation des fibres

Ce phénomène est essentiellement valable pour les renforts tissés bidirectionnels. Lorsqu'il s'agit d'un seul pli de tissu 2D, la compaction est gouvernée par deux phénomènes : l'écrasement des torons de fibres et leur déformation en flexion [129, 130]. Mais, suite à des études de compaction sur des empilements (plusieurs plis) de renforts 2D, les chercheurs ont découvert qu'il y avait un troisième phénomène qui s'ajoute aux deux précédents. Il s'agit du glissement des plis les uns par rapport les autres [131, 132]. Ce glissement inter-plis prend le nom de « *nesting* ».

Ces trois phénomènes sont généralement inclus dans le mécanisme de réorganisation du renfort lors de

---

5. Différence observée dans le développement d'un phénomène physique par rapport à un autre

la compaction car ils sont tous relatifs à un glissement de fibres à diverses échelles [132, 133]. Selon [134], ces phénomènes expliquent pourquoi après une compaction, l'épaisseur d'un renfort est souvent moins importante que son épaisseur initiale.

Les trois mécanismes de réorganisation décrits précédemment sont illustrés par la figure 1.34. On peut y voir dans l'ordre : (a) l'écrasement des torons de fibres, (b) la déformation des torons et (c) le glissement inter-plis.

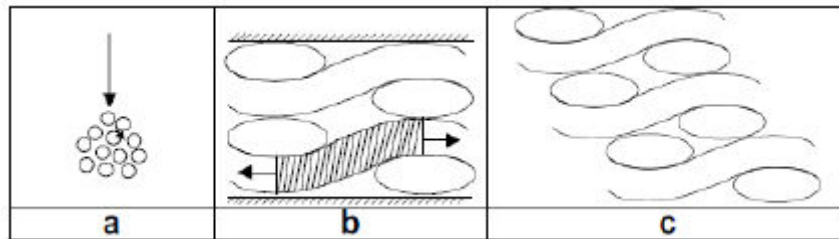


FIGURE 1.34 – Phénomènes de réorganisation d'un renfort multicouches [132]

Dans le but de comprendre la déformation des renforts fibreux lors de la compaction, Chen et al. [135] ont effectué une analyse microstructurale sur trois types de renfort avant et après compaction. Il s'agit d'un renfort mat, d'un renfort UD et d'un tissé 2D. Leur idée était bien évidemment de comprendre les différents mécanismes physiques qui se manifestent derrière la déformation d'un renfort lorsqu'il est compacté.

Cette étude de la microstructure confirme les observations des sections précédentes et montre que cinq mécanismes physiques sont responsables de la compaction des renforts. Ces mécanismes sont résumés sur la figure 1.35. De haut en bas, nous avons : la déformation de la section transversale des mèches/fils, l'aplatissement des mèches/fils, la déformation des mèches/fils en flexion, la compression des vides et le glissement de plis (ou nesting).

Main factors	Uncompressed	Compressed
Yarn cross-section deformation		
Yarn flattening		
Yarn bending deformation		
Void / gap condensation		
Nesting		

FIGURE 1.35 – Les cinq mécanismes intervenant lors de la compaction d'après [135]

Le tableau 1.8 résume l'effet de ces mécanismes sur la compaction des différents renforts étudiés. On peut remarquer que le phénomène qui affecte le plus et de manière très significative le comportement



en compaction des trois types de renfort est la déformation de la section transversale des mèches/fils. La compression des vides est un facteur qui affecte plus les mats que les tissus. Le nesting est le phénomène le plus prépondérant dans la compaction des tissus mais il est totalement absent pour les mats. Enfin, l'aplatissement des mèches/fils n'intervient pratiquement pas dans le comportement en compaction des UD ; par contre, il a des influences sur le comportement des mats et des tissus.

Mécanismes physiques	Influence selon le type de renfort		
	Mat	UD	Tissé 2D
Déformation de la section transversale des mèches/fils	forte	forte	forte
Aplatissement des mèches/fils	faible	-	forte
Déformation des mèches/fils en flexion	faible	faible	faible
Compression des vides	forte	faible	faible
Glissement de plis (Nesting)	-	faible	forte

Tableau 1.8 – Influence des mécanismes de compaction selon Chen et al. [135]

#### 1.8.4 Les modèles de compaction

Diverses approches ont été utilisées dans la littérature pour modéliser le comportement des renforts fibreux en compaction. Les premiers modèles sont basés sur des assemblages aléatoires de fibres couplées aux équations de la mécanique classique. Ensuite, il y a eu introduction de la micromécanique pour mieux représenter les tissages des fibres. Et, aujourd'hui il existe des outils numériques pour simuler à différentes échelles la compaction des renforts.

Dans cette section, nous allons exposer les principales lois de comportement qui décrivent le phénomène de compaction. Ces lois qui prédisent la réponse en compaction des renforts sont des relations *empiriques* qui relient le taux volumique de fibres à la contrainte de compaction.

##### 1.8.4.1 Modèle de Toll et Manson [1]

Selon ces deux auteurs, la contrainte subie par un renfort en compression est donnée par la relation de type puissance qui s'écrit comme suit :

$$\sigma = c V_f^n \quad (1.4)$$

où  $c$  et  $n$  sont des paramètres à déterminer via une analyse de la courbe expérimentale issue d'un essai de compaction. Ce modèle introduit par Toll et Manson se retrouve dans d'autres travaux de recherche où il a été expérimentalement validé [116, 117, 120, 136, 137].

Pour la plupart des renforts tissés, le coefficient  $n$  est compris entre 7 et 15,5. Mais c'est un coefficient qui varie énormément selon le type de renfort. D'après [138], il ne prend pas une valeur unique mais présente une distribution étendue. Il dépend des conditions qui entourent le déroulement de l'essai de compaction. On peut citer la vitesse de compaction, l'épaisseur du renfort dans sa forme initiale, le nombre de cycle ...

Le coefficient  $c$  montre aussi des variations énormes suivant le type de renfort et dépend des conditions de l'étude. Cependant, il ne semble suivre aucune logique générale quant à sa variation. Le tableau 1.9 montre quelques valeurs de  $n$  et  $c$  selon le type de renfort et selon différents auteurs.

##### 1.8.4.2 Modèle de Gauvin [2]

Gauvin propose un modèle où la rigidité du renfort et le taux volumique de fibres sont régis par une loi puissance (relation 1.5). Les paramètres  $A$  et  $B$  sont des coefficients d'ajustement des courbes de

Renfort	n	c (MPa)	Ref.
Mats (différents types de mat)	1,6-5,3	0,2-80	[121]
2D (tissés ou pas)	3,3-27,9	2-9,5x10 <sup>6</sup>	[138]
Tissus	7-15,5	-	[1]
Roving	7-11	-	[1]
Taffetas	4,8-8,8	1,8-88	[120]
Taffetas	15	-	[136]
Taffetas	10	130-220	[116]
Taffetas	10-10,5	151-237	[117]
Satin	9,1	361-433	[117]
Sergé	9,8	136-144	[117]
Mat	6,8-7,1	107,5-124,5	[139]
Taffetas	8,5-9,1	47-55	[139]
Tricot	5-5,8	56,5-73	[139]
UD	12,1-16,6	22,6-1164	[122]
2D	12-15,3	13,9-421,2	[122]
Taffetas	7,3-13,5	13,9-69	[122]
Mat (fibres continues)	3,5	24	[140]
UD cousu	9,7	1401	[140]
2D cousu	10,5	423,5	[140]

Tableau 1.9 – Quelques valeurs de  $c$  et  $n$  selon divers auteurs

compaction. Ils dépendent de l'architecture du renfort et d'autres facteurs tels que l'épaisseur initial du renfort, la vitesse de compaction, le recompactage ... [2, 118, 121, 133, 138]

Le coefficient  $A$  est représentatif du taux volumique de fibres du renfort lorsqu'il est soumis à une contrainte unitaire correspondant à l'état initial du matériau. Par contre, le coefficient  $B$  est relatif à l'état de rigidification de la compaction et est toujours plus petit que 1.

$$V_f = A \sigma^B \quad (1.5)$$

Deux autres facteurs, que nous pouvons retrouver sur la figure 1.36 ont été définis par l'auteur. Il s'agit des paramètres  $M$  et  $RV_f$ . Le facteur  $M$  est un coefficient de rigidité qui n'est autre que la pente de la droite tracée entre les valeurs de contrainte  $0.2\sigma_{max}$  et  $\sigma_{max}$  où  $\sigma_{max}$  est la valeur maximale de la contrainte de compaction que subit le renfort. Quant au facteur  $RV_f$ , il est égal au taux volumique de fibres maximal atteint lors de la compaction.

À partir de plusieurs essais de compaction et de relaxation réalisés par différents auteurs, Gauvin et Robitaille [138] ont proposé un ajustement du modèle de compaction (équation 1.5) vu précédemment.

Le modèle de relaxation proposé à coté du modèle de compaction est donné par :

$$\frac{\sigma_c}{\sigma_{c,0}} = 1 - C t^{\frac{1}{D}} \quad (1.6)$$

où  $\sigma_c$  est la contrainte exercée sur le renfort,  $\sigma_{c,0}$  la contrainte unitaire (1 Pa),  $C$  la chute de pression après une seconde de relaxation et  $D$  est l'index de relaxation [138].

Cette approche est intéressante pour étudier l'effet de différents paramètres de contrôle du procédé de mise en œuvre sur le comportement du renfort par comparaison de l'évolution des différents coefficients figurant dans l'équation 1.5. Ces paramètres de contrôle sont la vitesse de compaction, l'épaisseur initiale du renfort donnée par le nombre de plis de la séquence d'empilement et le recompactage donné par le nombre de cycles de compaction.

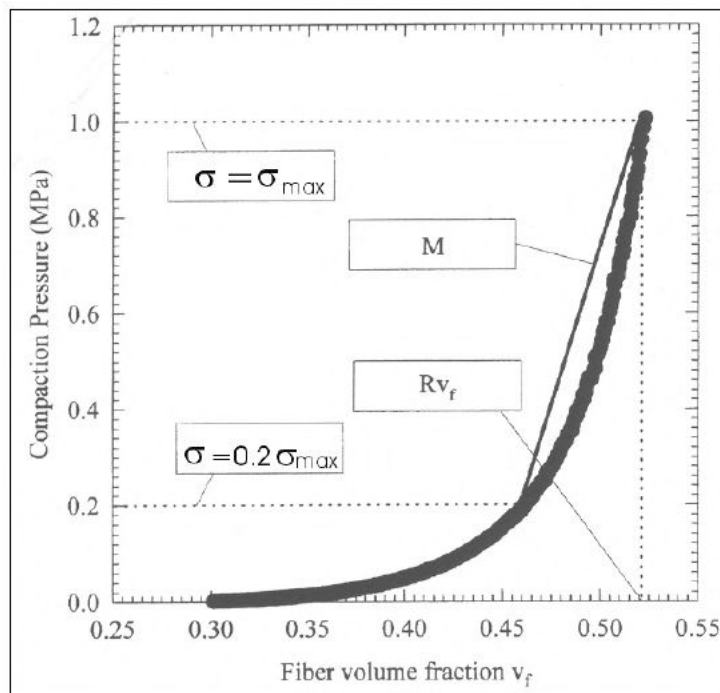


FIGURE 1.36 – Paramètres du modèle de compaction de Gauvin [138]

Les tendances identifiées par Gauvin et Robitaille pour les coefficients  $A, B, M$  et  $RV_f$  en fonction de l'évolution de ces paramètres de contrôle de procédé sont résumées dans le tableau 1.10.

Paramètres liés à la mise en œuvre	Coefficients du modèle			
	$A$	$B$	$M$	$RV_f$
Si la vitesse de compaction <i>augmente</i>	diminue	augmente	diminue	augmente
Si le nombre de plis <i>augmente</i>	augmente	diminue	augmente	diminue
Si le nombre de cycles <i>augmente</i>	augmente	diminue	augmente	augmente
Si la lubrification <i>augmente</i>	augmente	diminue	augmente	augmente

Tableau 1.10 – Effet des paramètres procédés sur les coefficients du modèle de Gauvin [121, 138]

Le nombre de plis est le paramètre qui influe le plus fortement sur le coefficient de rigidité  $M$ . Lorsque le nombre de cycles augmente, le taux volumique de fibres maximal  $RV_f$  et le coefficient de rigidité  $M$  sont plus importants. Mais à côté de cette augmentation du nombre de cycles, on assiste à une diminution progressive du coefficient  $B$ .

Par contre la vitesse de compaction a une faible influence sur les coefficients  $M$  et  $B$ .

Aussi faut-il ajouter que la lubrification du renfort pendant la compaction entraîne une rapide augmentation du coefficient de rigidité  $M$  et de ce fait le renfort peut se retrouver avec un important taux volumique de fibres. Pour la plupart des paramètres procédés, le coefficient de rigidité  $M$  varie en-dessous de 7%.

Par ailleurs, il existe un lien entre les deux modèles précédemment évoqués. En effet, on peut passer du modèle de Gauvin (relation 1.5) à celui de Toll et Manson (relation 1.4) en posant  $A = c^{-\frac{1}{n}}$  et  $B = \frac{1}{n}$ .

La loi de compaction de Gauvin est couramment utilisée dans la littérature pour représenter le comportement en compaction des renforts tissés 2D [3, 117, 137] et 3D [141].

### 1.8.4.3 Modèle généralisé de Van Wyk [3]

En 1946, Van Wyk a proposé un premier modèle [142] de compaction sur des empilements de renforts où les fibres sont réparties de façon aléatoire. Son modèle est un modèle d'élasticité basé sur la flexion des fibres comme principal mécanisme de déformation.

Cependant, il comporte quelques limites du fait que d'une part il ne considère aucun mouvement relatif des fibres lors de la compaction et d'autre part il n'est pas en adéquation avec la réalité lorsqu'il s'agit d'un renfort tissé (parce que contrairement à l'hypothèse du modèle, dans un tissu les fibres ne sont pas aléatoirement réparties).

C'est ainsi que Toll propose en 1998 un modèle qui généralise celui de Van Wyk, dans le but de l'adapter à un nombre plus important de renforts.

Le modèle de Toll est donné par l'équation 1.7.

$$\sigma_c = \frac{k E m_g^3}{\rho^3} \left( \frac{1}{V_f^n} - \frac{1}{V_0^n} \right) \quad (1.7)$$

avec  $\sigma_c$  la contrainte de compaction,  $E$  le module d'Young des fibres,  $m_g$  la masse totale du renfort,  $V_f$  le taux volumique de fibres après compaction,  $V_0$  le taux volumique de fibres avant compaction,  $\rho$  la densité du renfort et,  $k$  et  $n$  des constantes liées à la structure du renfort.

Sur la base de plusieurs résultats expérimentaux disponibles dans la littérature, Toll a validé son modèle et démontre ainsi qu'il est représentatif du comportement réel en compaction de différents renforts (tissus, mats, laine, torons de fibres...)

La figure 1.37 montre la validation du modèle pour quelques renforts tissés et mats. Les valeurs du paramètre  $n$  issues de l'ajustement du modèle sont données (l'ajustement a pour but de rapprocher le modèle de la réalité).

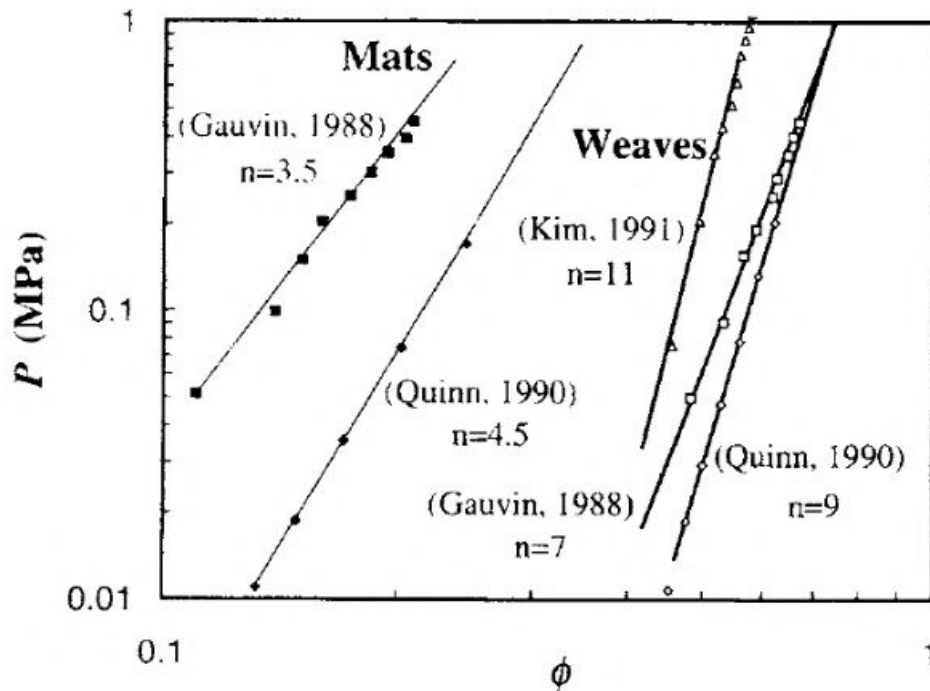


FIGURE 1.37 – Validation du modèle de Toll pour des renforts tissés et mats. Courbe pression de compaction en fonction de la porosité [3]

#### 1.8.4.4 Modèle de Matsudaira [4]

Ce modèle s'applique essentiellement aux renforts tissés. Un tissu est constitué de mèches qui elles-mêmes sont faites de fibres. D'après Matsudaira, le comportement d'un tissu en compaction est dicté par un jeu de macro et micro porosités incluses au sein de celui-ci. La macroporosité est définie comme l'espace vide entre les mèches et la microporosité, l'espace vide entre les fibres.

Trois régimes de déformation gouvernent un tissu soumis à de la compaction (figure 1.38).

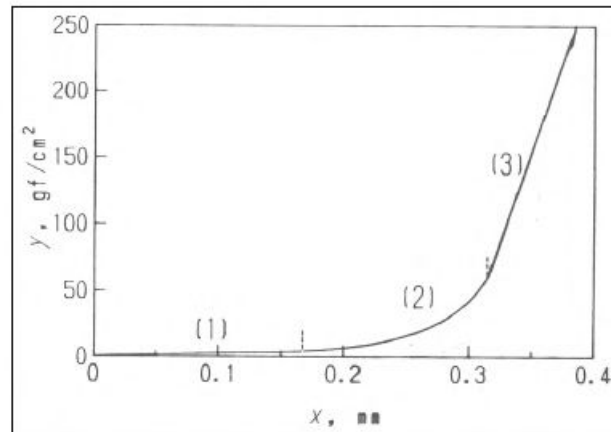


FIGURE 1.38 – Réponse typique d'un tissu en compression [4]

Ces régimes peuvent être décrits comme suit :

- régime (0) : le tissu est dans sa forme initiale (sans pression) (figure 1.39a) ;
- régime (1) : début de chargement : réaction élastique du tissu et augmentation linéaire de la déformation avec la pression de compaction. Les fibres les plus rigides sont les premières qui se compactent (figure 1.39b). Ce régime est modélisé par la droite d'équation :

$$\sigma = a_1 + b_1 x \quad (1.8)$$

- régime (2) : glissement des mèches et des fibres ; réduction des pores et diminution de l'épaisseur du renfort. Cette étape survient quand l'effort de compaction dépasse l'effort de frottement des fibres entre elles (figure 1.39c). Le comportement est non linéaire et représenté par une courbe exponentielle dont l'équation s'écrit :

$$\sigma = a_2 e^{b_2 x} + c_2 \quad (1.9)$$

- régime (3) : compression latérale des mèches et des fibres suite à une pression maximum ; réduction maximale des vides (figure 1.39d). Ce régime est aussi linéaire comme le régime 1 et est représenté par ci-dessous :

$$\sigma = a_3 + b_3 x \quad (1.10)$$

Dans les trois équations précédentes,  $\sigma$  représente la contrainte de compaction,  $x$  la déformation du tissu, et les coefficients  $a_i$ ,  $b_i$  et  $c_2$ , avec  $i = 1, 2, 3$ , sont des constantes de régression.

#### 1.8.4.5 Modèle de Gauvin et Chibani [5]

Le modèle de compaction proposé par ces deux auteurs relie l'épaisseur du renfort  $H$  à la contrainte exercée  $\sigma$ . Leurs travaux portent sur l'empilement de 20 plis de verre.

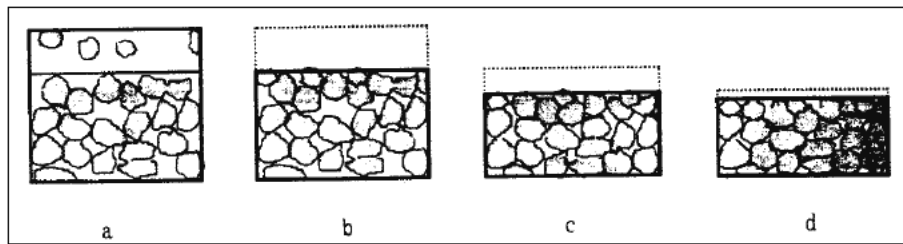


FIGURE 1.39 – Processus de compaction d'un tissu [4]

Ce modèle est défini par la relation 1.11 que l'on peut retrouver ci-après :

$$\frac{H}{H_0} = a \sigma + b \ln \sigma + \frac{c}{\sigma} + d \quad (1.11)$$

avec  $H_0$  l'épaisseur initiale du renfort,  $H$  l'épaisseur de renfort lors de la compaction, et  $a, b, c$  et  $d$  des constantes de régression.

La figure 1.40 montre l'évolution du rapport  $H/H_0$  en fonction de la contrainte de compaction pour des empilements de renforts mats (les trois courbes de dessous) et tissu 2D (la courbe de dessus). On peut voir que, à pression égale, les mats sont plus écrasés que le tissu 2D (épaisseur mats < épaisseur tissu). Ils se compactent donc plus vite que le tissu. Ceci signifie que les renforts mats contiennent des porosités plus élevées que le renfort tissé 2D.

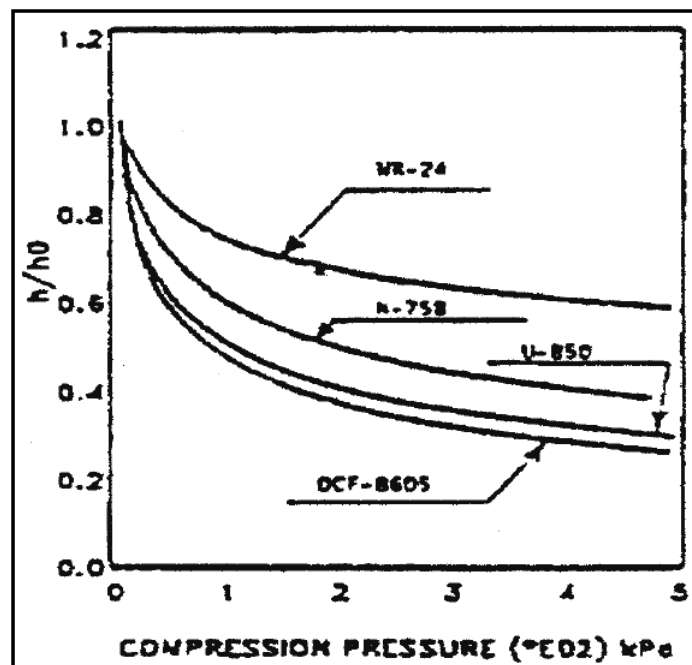


FIGURE 1.40 – Compaction de renforts mats et tissu 2D [5]

#### 1.8.4.6 Autres modèles de compaction

D'autres chercheurs ont proposé des modèles de compaction sur la base de plusieurs études expérimentales menées sur des renforts secs. Ces modèles relient la contrainte de compaction  $\sigma$  (ou l'effort

$F$ ) soit aux paramètres microstructuraux comme le taux volumique de fibres  $V_f$  et la porosité  $\Phi$ , soit à l'épaisseur du renfort  $H$ .

**Modèle de Trevino et al. [140]**

$$\log V_f = b \log \sigma + a \quad (1.12)$$

**Modèle de Quinn et al. [143]**

$$V_f = K_1 + K_2 \sqrt{\sigma} \quad (1.13)$$

**Modèle de Kim et al. [119]**

$$V_f = V_1 + C_c \log \frac{\sigma}{\sigma_1} \quad (1.14)$$

avec  $V_1$  le taux volumique de fibres correspondant à la contrainte unitaire  $\sigma_1$ .

**Modèle de Wu et al. [144]**

$$\sigma = C \left( \frac{\Phi}{1 - \Phi} \right)^N \quad (1.15)$$

**Modèle de Rudd et al. [115]**

$$\frac{H}{H_0} = B \sigma^n \quad (1.16)$$

avec  $H_0$  est l'épaisseur initiale du renfort (avant compaction).

**Modèle de Luo et al. [139]**

$$F = c H^m \quad (1.17)$$

**Remarque :** Tous les paramètres apparus dans les modèles ci-dessus, en dehors de ceux définis, sont des coefficients d'ajustement que l'on peut obtenir au travers d'une analyse des courbes expérimentales des essais de compaction.

## 1.9 Conclusion

Notre étude bibliographique a commencé par la présentation des matériaux composites dans leur globalité. On a ensuite exposé les particularités des composites à renforts fibres naturels d'une part et à renforts fibres synthétiques d'autre part. L'accent a surtout été mis sur les renforts lin et carbone car ils ont au cœur de notre travail de thèse qui sera présenté par la suite. Nous avons vu que les matériaux composites hybrides par association de renforts naturel et synthétique au sein d'une même matrice offraient des propriétés mécaniques intéressantes.

L'état de l'art a montré le caractère néfaste des porosités sur les propriétés mécaniques des stratifiés notamment en cisaillement interlaminaire. Ce qui favorise un délaminage précoce du matériau. Des dispositions doivent être donc prises pour éviter au maximum la présence de ces porosités.

Les propriétés mécaniques d'un matériau composite dépendent de ses constituants et du procédé de mise en œuvre. Au cours de cette mise en œuvre intervient le phénomène de compaction qui joue un

rôle important dans la qualité de la pièce composite. Il a notamment trait au taux volumique de fibres du composite. Ce taux volumique de fibre  $V_f$  est une des propriétés importantes du composite. Cette propriété sera évoquée tout au long de cette thèse. Un renfort qui se compacte bien permet d'atteindre des taux volumiques de fibres satisfaisants offrant ainsi de bonnes propriétés mécaniques.

L'objectif de notre thèse est de développer de nouveaux composites stratifiés hybrides carbone/lin et d'étudier l'influence de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques et la microstructure de ces stratifiés. On passera donc forcément par une phase de caractérisation pour connaître les caractéristiques mécaniques.

Avant d'exposer nos résultats et nos analyses, nous allons dans le chapitre suivant, présenter les différentes techniques expérimentales de caractérisation utilisées ainsi que le procédé de mise en œuvre adopté.



## Chapitre 2

# Mise en œuvre et techniques expérimentales de caractérisation

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>La matrice</b> . . . . .	<b>53</b>
<b>2.2</b>	<b>Mise en œuvre des composites stratifiés</b> . . . . .	<b>53</b>
<b>2.3</b>	<b>Cuisson des plaques fabriquées</b> . . . . .	<b>57</b>
<b>2.4</b>	<b>Découpe des éprouvettes</b> . . . . .	<b>57</b>
<b>2.5</b>	<b>Techniques de caractérisation</b> . . . . .	<b>57</b>
2.5.1	Compaction de renforts secs . . . . .	58
2.5.2	L'indentation instrumentée . . . . .	60
2.5.3	La résilience . . . . .	64
2.5.4	La flexion trois points . . . . .	65
2.5.5	Essai de vibrations . . . . .	70
<b>2.6</b>	<b>Conclusions</b> . . . . .	<b>73</b>

---

## 2.1 La matrice

D'une manière générale, les matrices ont pour but de transmettre les efforts mécaniques aux renforts. Elles permettent aussi de protéger les renforts vis-à-vis des agressions environnementales. On distingue principalement deux familles de résine : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Les thermodurcissables, dont fait partie la résine époxy, ont la particularité d'être infusibles, insolubles et d'avoir des transformations irréversibles. La faible viscosité de la résine époxy (et des thermodurcissables en général) la rend plus compatible avec les méthodes de mise en œuvre exigeant un bon écoulement de la résine dans les renforts fibreux.

La matrice utilisée dans nos travaux est une résine époxy fabriquée par la société Hunstman. Pour former la matrice, un mélange de résine et de durcisseur a été appliqué. La résine est de type Araldite® LY 1564 SP alors que le durcisseur est commercialisé sous le nom d'Aradur® 3487 BD. Le fabricant propose un ratio de 100/34 pour le mélange résine/durcisseur. La viscosité du mélange à 25°C est comprise entre 220 et 320 mPa.s alors que la durée de vie en pot<sup>1</sup> du mélange se trouve entre 130 et 160 min pour 100 grammes. Le temps de gel est compris entre 65 et 85 minutes à 60°C et à 100°C, il est compris entre 6 et 10 min. Quant aux caractéristiques mécaniques, elles sont résumées dans le tableau 2.1.

Propriétés mécaniques	Résistance (MPa)	A (%)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	$A_{rupture}$ (%)	Module d'Young (MPa)
Traction	77 - 81	3.9 - 4.1	58 - 64	7.2 - 8	3200 - 3350
Flexion	125 - 138	5 - 5.4	88 - 95	8.2 - 10	3200 - 3400

Tableau 2.1 – Caractéristiques mécaniques de la matrice époxy (pour 15h de cuisson à 50°C)

## 2.2 Mise en œuvre des composites stratifiés

Nos plaques stratifiées ont été fabriquées par la technique d'infusion de résine liquide, LRI.

Cette technique a été choisie pour les nombreux avantages qu'elle présente. En effet, le procédé d'infusion de résine est non seulement simple à mettre en place mais il ne nécessite pas un lourd investissement. Seuls le moule, les tissus environnants et éventuellement une pompe à vide sont requis pour son montage. Un autre avantage plus technique est l'évacuation des bulles d'air résiduelles dans le renfort grâce au tirage du vide assuré par la pompe à vide lors de l'écoulement de la résine. Ce qui fait qu'au final on se retrouve avec un composite de bonnes qualités, mécaniquement parlant, avec un bon taux volumique de fibres (50 à 60% de manière standard) et dont le taux de porosité est fortement réduit.

Contrairement au système d'infusion classique où la résine traverse la préforme dans le sens longitudinal ou transversal, ici nous avons décidé d'infuser notre préforme dans son épaisseur. L'écoulement de la résine se fait du bas vers le haut de la préforme. Ceci permet d'assurer une bonne distribution de la résine au sein du renfort. Et une bonne distribution de résine empêche l'apparition de zones sèches (absence de matrice) dans le composite final. En d'autres termes, notre but est d'assurer un bon remplissage optimal du renfort sans fuite d'air ni de résine. Ce schéma d'infusion a été inspiré des travaux de Pierre-Jacques Liotier [145]. La figure 2.1 présente le schéma du dispositif ainsi que tous les éléments qui le composent.

Sur un moule métallique est posé un tissu drainant. Le moule est perforé (dans les 4 coins) afin de faire parvenir la résine dans le circuit. Le tissu drainant, sous forme de filet, a pour but d'alimenter les renforts en résine en facilitant son écoulement les renforts.

1. Temps nécessaire pour utiliser le mélange avant durcissement. L'ajout de la résine au durcisseur enclenche une réaction chimique qui génère un durcissement au bout d'un certain moment.

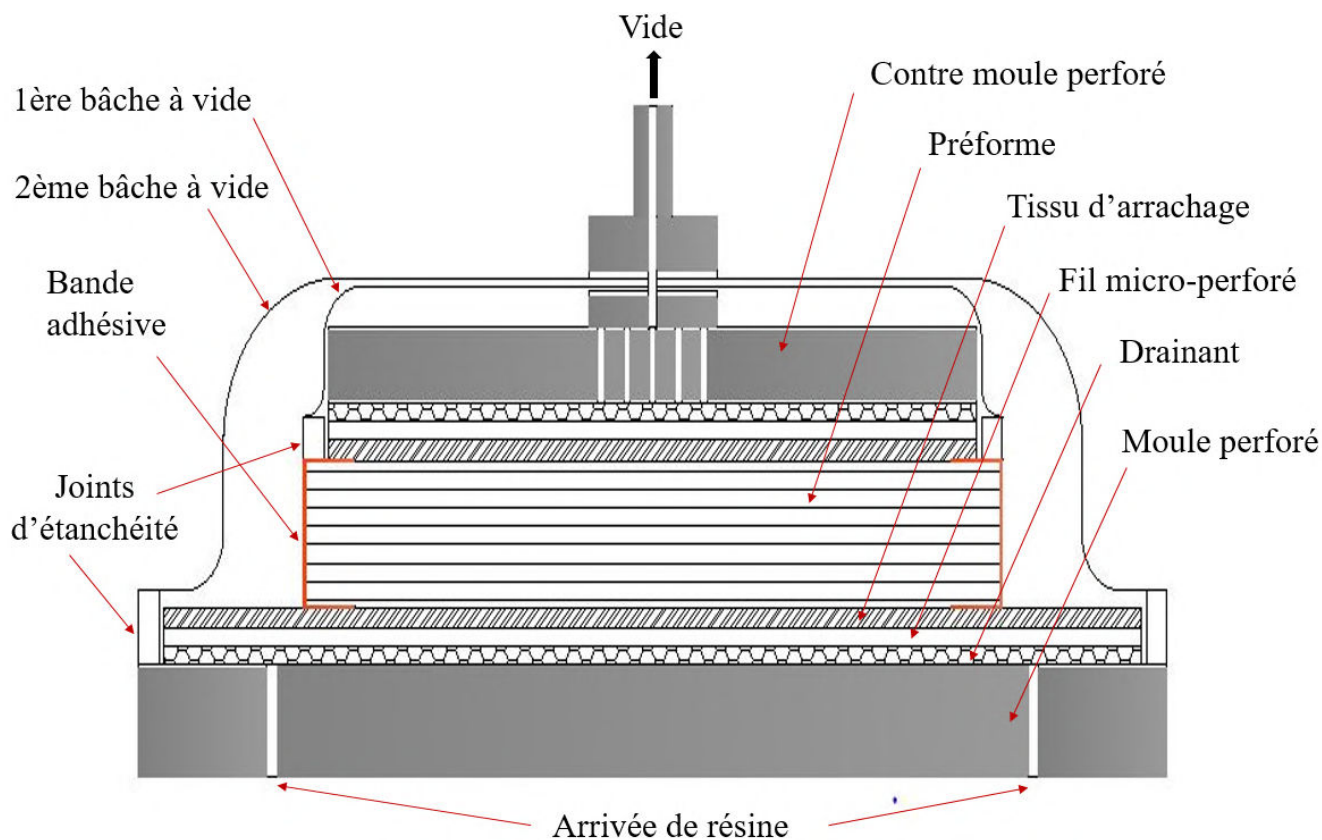


FIGURE 2.1 – Schéma du dispositif d'infusion

Sur le tissu drainant, nous avons placé un film micro-perforé démoulant avec la plupart des résines ; il va permettre l'écoulement de la résine et le pelage (action d'enlever) facile du filet de drainage ; il permet d'éviter aussi des fuites de résine. Le duo drainant-film micro-perforé assure un bon drainage de la résine sur toute la pièce pour un rendu uniforme et homogène.

Un tissu d'arrachage, est posé juste au-dessus du film micro-perforé. Le rôle du tissu d'arrachage est de faciliter le démoulage de la pièce composite, de protéger le composite durant toute la phase de polymérisation et de lui conférer une meilleure finition de surface (donne un aspect uniforme à la pièce). Il absorbe aussi le surplus de résine et l'empêche de remonter vers la pompe à vide.

Sur le tissu d'arrachage, vient se mettre la préforme qui au préalable a été découpée et préparée suivant la séquence d'empilement souhaitée. Comme on peut le voir sur la figure 2.2, une bande adhésive spéciale a été mise en bordure de la préforme. Cette bande adhésive a pour but principal d'empêcher la résine de fuir hors de la préforme. Elle sert aussi d'appui à une bache des deux bâches à vide dont la fonction sera expliquée dans les lignes suivantes.

Les tissus environnants qui ont été décrits antérieurement se retrouvent également sur la partie supérieure de la préforme. Ils ont le même rôle que les précédents sauf qu'ils s'occupent plus de la partie supérieure de la plaque. Comme le montre le schéma, les tissus environnants placés de part et d'autre de la préforme sont dans un ordre symétrique par rapport à cette dernière.

Un contre-moule métallique résonne sur tout l'ensemble. Ce contre-moule permet de plaquer la préforme afin d'assurer à la pièce composite finale une seconde face lisse, à l'instar du moule. Sur le contre-moule, de petits trous centraux ont été faits dans le but d'évacuer l'excès de résine. Une première bache à vide recouvre le contre moule, les tissus environnants inférieurs et la préforme. Cette bache à vide est utilisée pour la mise sous vide de ce sous-ensemble.

La bache à vide est mise en place à l'aide d'un joint d'étanchéité. Le joint d'étanchéité est placé sur

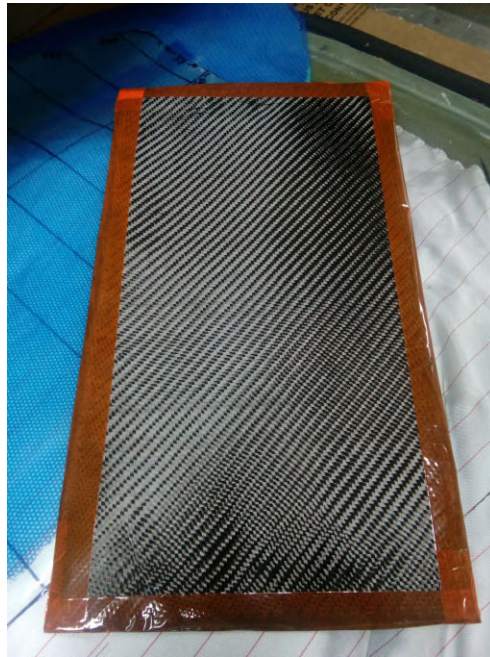


FIGURE 2.2 – Apparence de la préforme (ici la préforme est en carbone)

le pourtour de la préforme donc sur la bande adhésive.

L'ensemble du système est recouvert par une seconde bâche à vide, qui est naturellement plus grande que la première. Un second joint d'étanchéité se reposant sur le moule assure sa mise en place et l'étanchéité générale du circuit.

Les bâches ont été découpées et posées de telle manière qu'elles soient très bien plaquées pour ainsi éviter l'apparition de zones de plissement qui pourraient contenir de l'air. Les bulles d'air sont à éviter absolument. Le plissement de la bâche peut aussi compromettre le bon écoulement de la résine lorsqu'elle se dirigera vers la sortie.

Le vide est fait dans le montage par le biais d'un évent relié à la grande bâche à vide et connecté à une pompe à vide. Le tirage du vide crée le compactage du renfort.

La dépression créée à l'intérieur du système est de -0.95 bar. Autour du montage, règne naturellement la pression atmosphérique.

Avant d'infuser, un test d'étanchéité a été effectué. Le but de ce test est de s'assurer qu'il n'y avait pas de fuite (non détectable à l'oreille) dans le montage. En effet, après avoir tiré le vide, le système a été laissé ainsi pendant quelques minutes afin de laisser le manomètre se stabiliser à la valeur de 0.95 bar. Nous avons ensuite arrêté la pompe à vide. Quelques heures après, aucune chute de pression n'était observée. Ceci veut tout simplement dire que le système était étanche et qu'il ne fuyait pas. L'infusion peut maintenant prendre place.

Le dispositif après infusion est montré sur la figure 2.3. Des joints d'étanchéité ont été mis au niveau de tous les raccords pour bloquer au maximum toute arrivée d'air. La résine rentre dans le système par le biais des perforations réalisées dans le moule et l'excès de résine ressort via l'évent.

Nous avons laissé les composites polymériser pendant 24h avant de les démouler, afin d'être sûr qu'ils soient bien solidifiés.

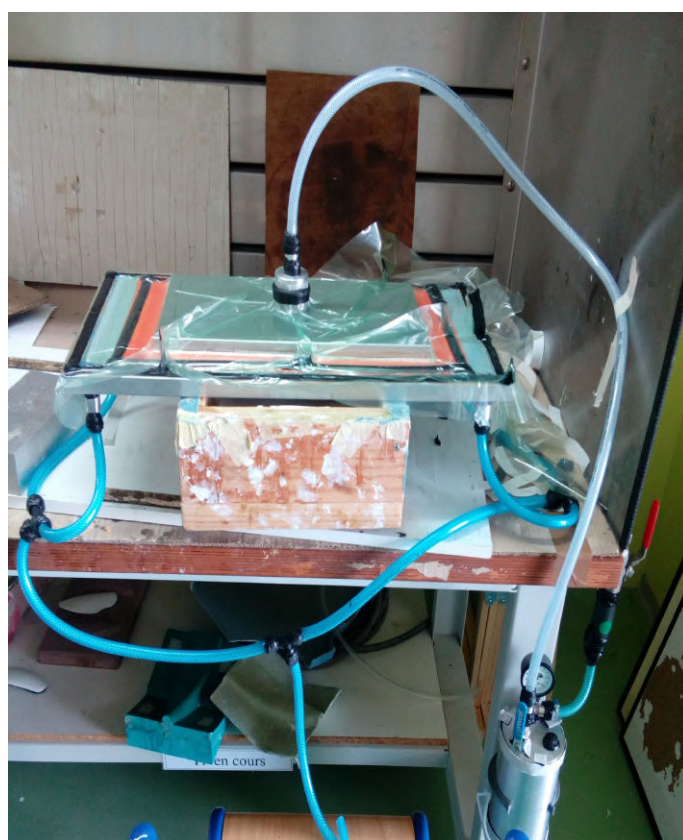


FIGURE 2.3 – Dispositif après infusion (phase de polymérisation)

## 2.3 Cuisson des plaques fabriquées

Après démoulage, les composites sont passés au four où ils ont subi un cycle de cuisson recommandé par le fabricant de la résine.

Ce cycle est présenté par la figure 2.4. Il comprend deux paliers. Un premier palier à 80°C, durant 30 min, a pour but de réduire la viscosité de la résine dans la plaque. Le deuxième palier dure 1h à 130°C. Il permet notamment d'accélérer la réticulation<sup>2</sup> de la matrice polymère.

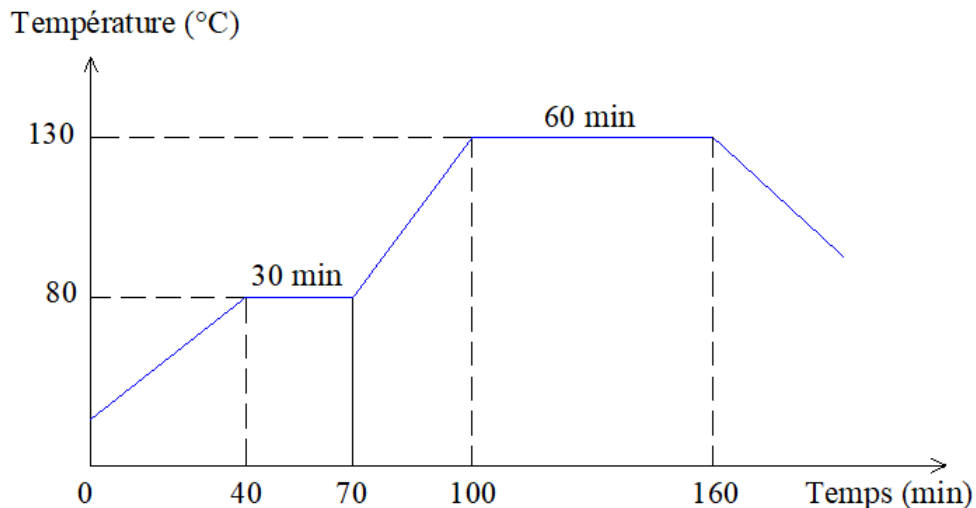


FIGURE 2.4 – Cycle de cuisson des plaques composites

## 2.4 Découpe des éprouvettes

Les échantillons, selon ce à quoi ils sont destinés, sont découpés au laser (modèle Trotec Speedy 400) (figure 2.5a) ou à la scie diamantée (figure 2.5b).

Dans le cadre des essais de compaction (section 2.5.1), sauf pour le renfort carbone, tous les autres renforts ont été découpés au laser. La poussière du carbone est dommageable pour la machine. La découpe au laser nous apporte un gain de temps et une précision dans les dimensions. La géométrie des échantillons est dessinée sous le logiciel *Inkscape* rattaché à la machine laser puis exécutée.

Pour les autres types d'essais, les plaques composites ont été, généralement, découpés à la scie diamantée. En revanche, pour des éprouvettes qui sont plus à fines dimensions (éprouvettes de flexion à faible épaisseur), les découpes ont été spécialement réalisées avec une scie manuelle.

Aussi faut-il noter que la plaque composite lin, [LLLL]s, est la seule à être découpée au laser, étant donné qu'elle ne contient aucune trace de carbone.

Les éprouvettes utilisées pour la caractérisation expérimentale des stratifiés ont été séchées pendant 1h à 100°C, afin d'en éliminer toute trace d'humidité. Ce séchage a été effectué juste avant les essais mécaniques. Ceci permet de tester tous les matériaux dans les mêmes conditions.

## 2.5 Techniques de caractérisation

Afin de caractériser le comportement mécanique des différents matériaux utilisés au cours de notre étude, plusieurs essais expérimentaux ont été mis en place. D'une part, une campagne d'essais de com-

---

2. Transformation d'un polymère linéaire en polymère tridimensionnel par formation de liaison.



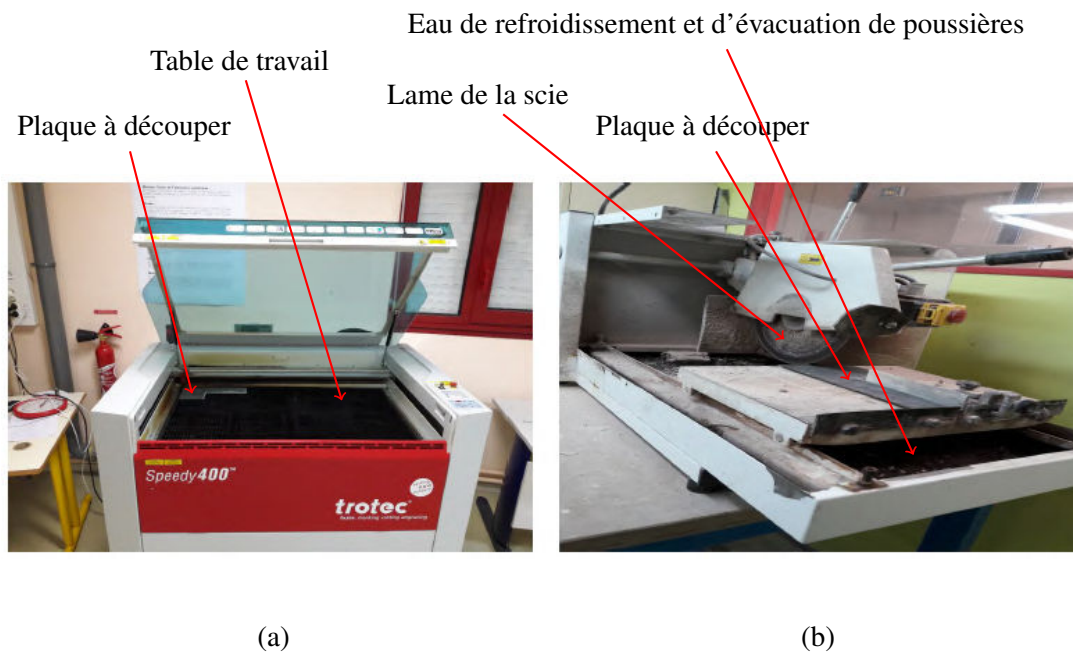


FIGURE 2.5 – Méthodes de découpe des échantillons : laser (a) et scie diamantée (b)

paction a été menée sur des renforts secs et, d'autre part des essais comme l'indentation, la résilience, la flexion trois points et des essais de vibrations ont été réalisés sur les composites stratifiés.

### 2.5.1 Compaction de renforts secs

Comme il a été dit dans le chapitre sur l'analyse bibliographique, la compaction est un phénomène qui intervient lors de la mise en œuvre des matériaux composites. Il est donc important de connaître le comportement en compaction des renforts afin d'optimiser la mise en œuvre.

Après présentation des échantillons, le dispositif de compaction ainsi que les conditions expérimentales seront décrits dans les lignes suivantes.

#### 2.5.1.1 Échantillon de compaction

Deux groupes de renfort ont été testés lors de la campagne de compaction.

Pour le premier groupe, l'échantillon est formé d'un empilement de 8 couches de renforts secs. Les couches sont des disques de diamètre 120 mm, découpées au laser pour la plupart. Non seulement les douze renforts (voir début du chapitre 3) ont été individuellement compactés, mais des séquences hybrides de tissu de carbone (sergé) et de lin (toile) ont été aussi testées. La symétrie miroir a été toujours respectée.

Le second groupe concerne la compaction d'un seul pli de renfort. Toutes les catégories de renfort présentées dans ce travail y sont impliquées. Le but est d'étudier la différence de résultat entre la compaction d'un plis et de l'empilement de plusieurs plis. Il n'y a logiquement pas d'hybridation dans ce cas de figure.

#### 2.5.1.2 Procédure d'essai

La figure 2.6 montre une photo du dispositif d'essai de compaction.

La compaction a été faite à l'aide de deux massifs en acier, l'un fixe et l'autre mobile. Le renfort est posé sur le massif inférieur et, grâce à un mouvement de la traverse de la machine d'essai, le massif supérieur descend pour effectuer le compactage. Les deux massifs sont de forme cylindrique comme l'indique la figure 2.6 et, sont de 100 mm de diamètre. Ces deux massifs sont montés sur une machine de traction universelle MTS Criterion Model 43. La machine est équipée d'un capteur d'effort de 5 kN afin de mesurer de grandes pressions de compaction. Le déplacement du plateau mobile est mesuré par un extensomètre de 5 mm de course. L'extensomètre est placé sur une tige coulissante connectée au mors supérieur à l'aide d'un élastique. Ceci a été fait parce que la taille des plateaux ne permet pas aux plateaux d'épouser directement les lames de l'extensomètre.

Les essais ont été exécutés à une vitesse de 0.5 mm/min et à température ambiante, pour l'ensemble des renforts.

Les essais ont été répétés plusieurs fois (4 essais par renfort de façon générale) et il n'y a pas eu de recompactage. Les renforts ont, à chaque fois, été renouvelés car nous considérons que les tissus se déforment après chaque compactage et donc leurs propriétés évolueraient.

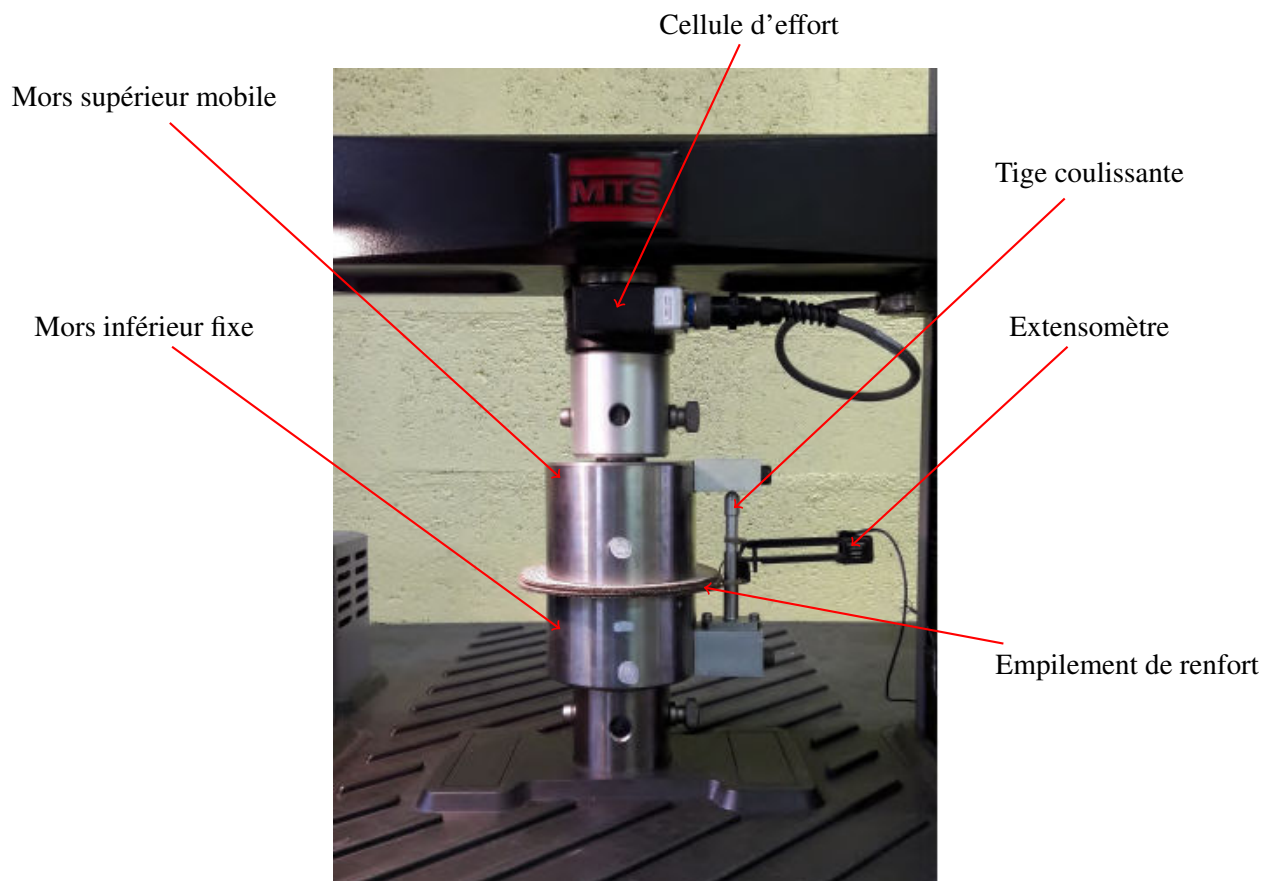


FIGURE 2.6 – Dispositif de compaction des renforts

### 2.5.1.3 Autre technique de mesure de déplacement

Le tissu sergé de lin 750 g/m<sup>2</sup> nous a posé quelques problèmes lors de sa mise en compaction. Son empilement était si épais que le déplacement ne pouvait pas être mesuré par l'extensomètre. Le déplacement qu'il requiert à la vitesse de 0.5 mm/min dépasse la course de l'extensomètre.



Nous nous retrouvons donc face à plusieurs choix. Soit on réduit le nombre de plis dans la séquence, soit on augmente la vitesse d'essai, soit on mesure le déplacement avec la traverse de la machine. Mais par souci de cohérence en termes de comparaison avec les résultats issus de la compaction des autres renforts, nous avons trouvé un moyen de mesurer ce déplacement tout en gardant le même nombre de plis et la même vitesse d'exécution.

En effet, nous avons décidé de photographier l'essai durant tout son déroulement (figure 2.7). Pour ce faire, un dispositif *Arduino*<sup>3</sup> a été utilisé pour déclencher automatiquement la prise de photos.

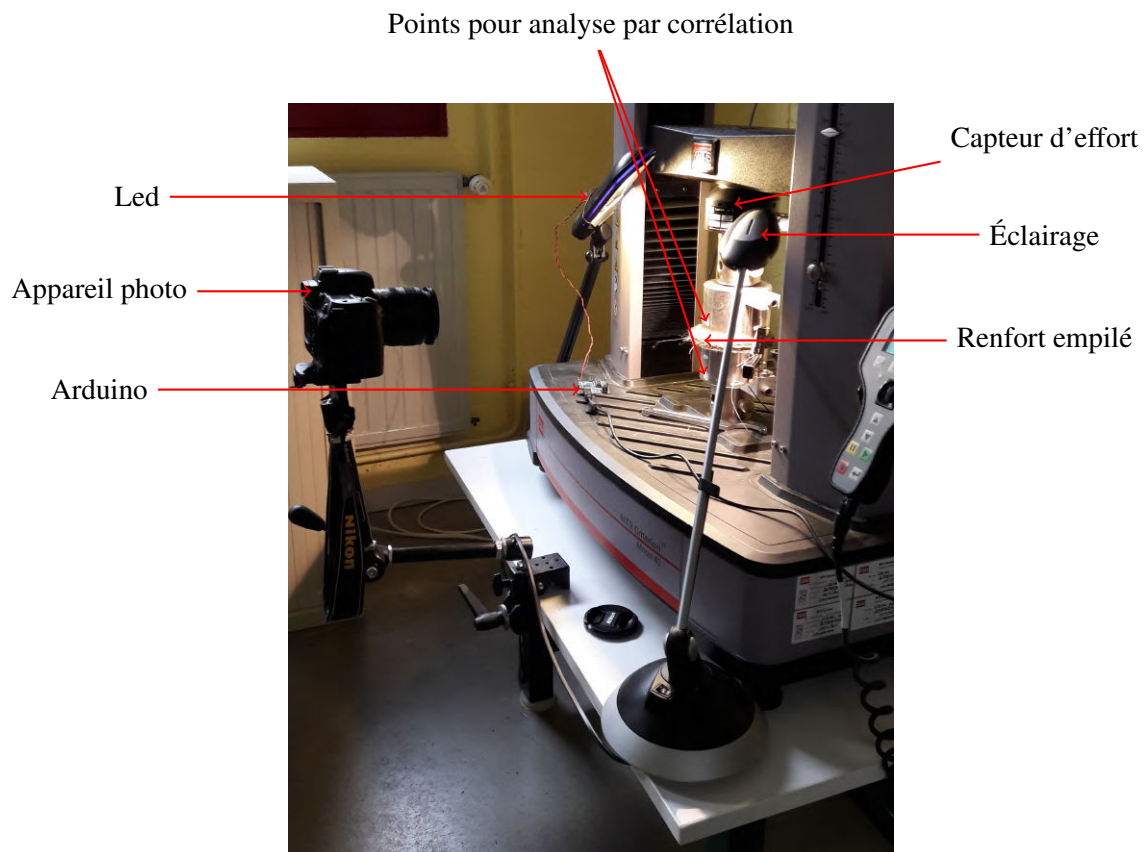


FIGURE 2.7 – Image de la compaction filmée

Une photo est prise toutes les 10 secondes du début jusqu'à la fin de l'essai. Les images recueillies passent ensuite par une phase de traitement (corrélation d'images). Elle aboutit à la connaissance du déplacement du massif supérieur que nous recherchions.

### 2.5.2 L'indentation instrumentée

L'essai d'indentation instrumentée est de plus en plus utilisé ces dernières années en vue de l'identification du comportement mécanique des matériaux. Dans cette section, nous allons présenter le principe de cet essai ainsi que le protocole expérimental adopté pour le réaliser.

---

3. Carte électronique open source, composée principalement d'un microcontrôleur, d'un port USB et des connecteurs d'entrée/sorte.

### 2.5.2.1 Principe général

Le principe de l'essai d'indentation est, d'enfoncer dans un matériau, un indenteur ou un pénétrateur sous l'action d'une charge donnée. L'indenteur doit être plus dur que le matériau à tester, sans quoi, il ne pourrait pas le pénétrer. Durant le déroulement de l'essai, le déplacement de l'indenteur et/ou l'effort appliqué est mesuré en temps réel.

La dureté du matériau,  $H$  est exprimée par le rapport de la charge maximale appliquée  $F$  à l'aire représentative  $A$  de l'empreinte résiduelle laissée par l'indenteur après son retrait :

$$H = \frac{F}{A} \quad (2.1)$$

L'aire représentative  $A$  est souvent mesurée à l'aide d'un microscope.

Pendant l'indentation, il est nécessaire que l'indenteur se déforme le moins possible et ce, de façon élastique uniquement. Le matériau de l'indenteur doit donc posséder de grandes dureté et limite d'élasticité.

Sur la figure 2.8, sont représentées les différentes formes d'indenteur couramment utilisées dans le cadre de la caractérisation des matériaux par indentation. On distingue des pointes sphérique, plate, conique et pyramidale (Vickers et Berkovich).

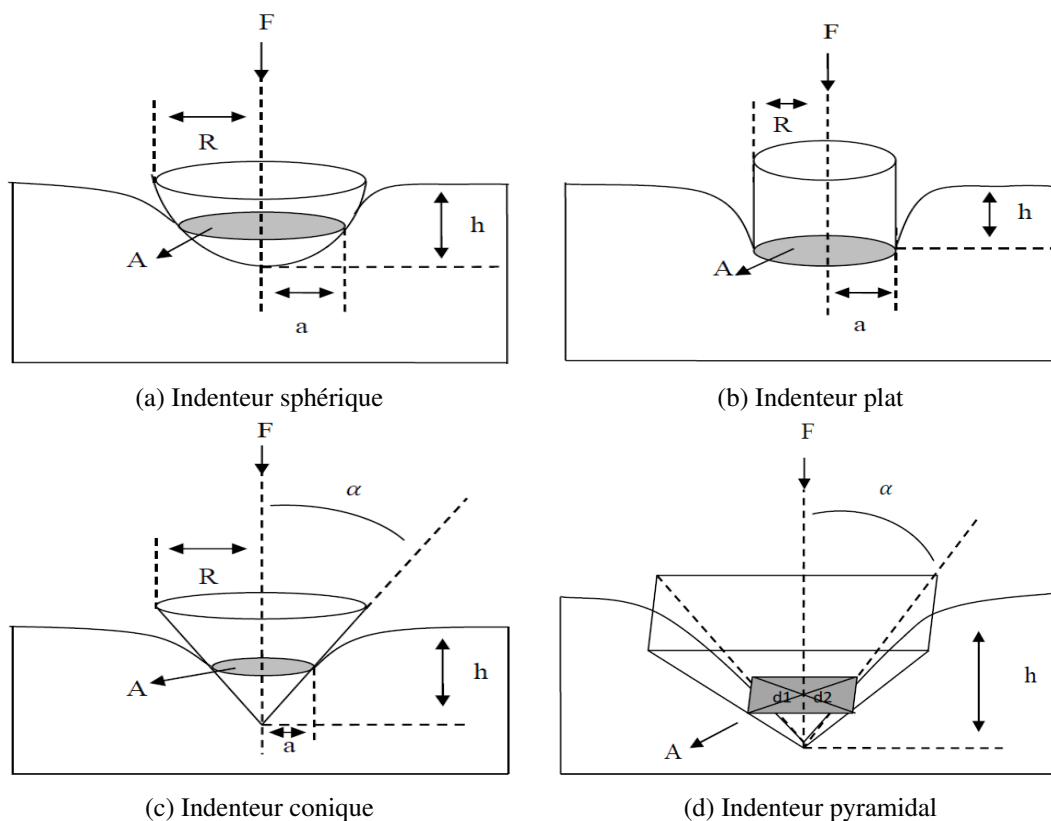


FIGURE 2.8 – Les différents types d'indenteurs [146]

Très souvent, d'après la littérature, les essais d'indentation sont présentés sous forme de courbe effort-déplacement. La variation de l'effort et du déplacement du pénétrateur sont mesurés instantanément lors de l'essai. Ces essais sont appelés essais d'indentation instrumentés. Les données issues de l'essai permettent donc de remonter aux propriétés mécaniques ainsi qu'à la loi de comportement du matériau, par analyse de la courbe d'indentation. Sur la figure 2.9, sont représentées les étapes d'un essai d'indentation ainsi que sa courbe classique. Cette figure présente deux différentes phases. Une première

phase de charge, traduite par l'enfoncement de l'indenteur jusqu'à un déplacement maximal  $h_{max}$ . Une seconde partie de décharge, correspondant au retrait de l'indenteur laissant une empreinte résiduelle de profondeur rémanente  $h_f$  après suppression de la charge.

La profondeur  $h_s$  correspond au déplacement de l'indenteur au travers de la surface du matériau lors de l'indentation. Sa valeur correspond au point d'intersection entre l'axe des abscisses  $h$  (axe des profondeurs) et la tangente à la courbe de décharge à la force maximale  $F_{max}$ .  $h_s$  correspond au retour élastique du matériau. En ce qui concerne  $h_c$ , c'est la profondeur de contact qui représente la profondeur pour laquelle la pointe de l'indenteur et le matériau sont à la surface de contact maximale. Le paramètre  $S$  est la raideur de contact qui n'est rien d'autre que la pente en début de décharge ( $S = \frac{dP}{dh}$ ).

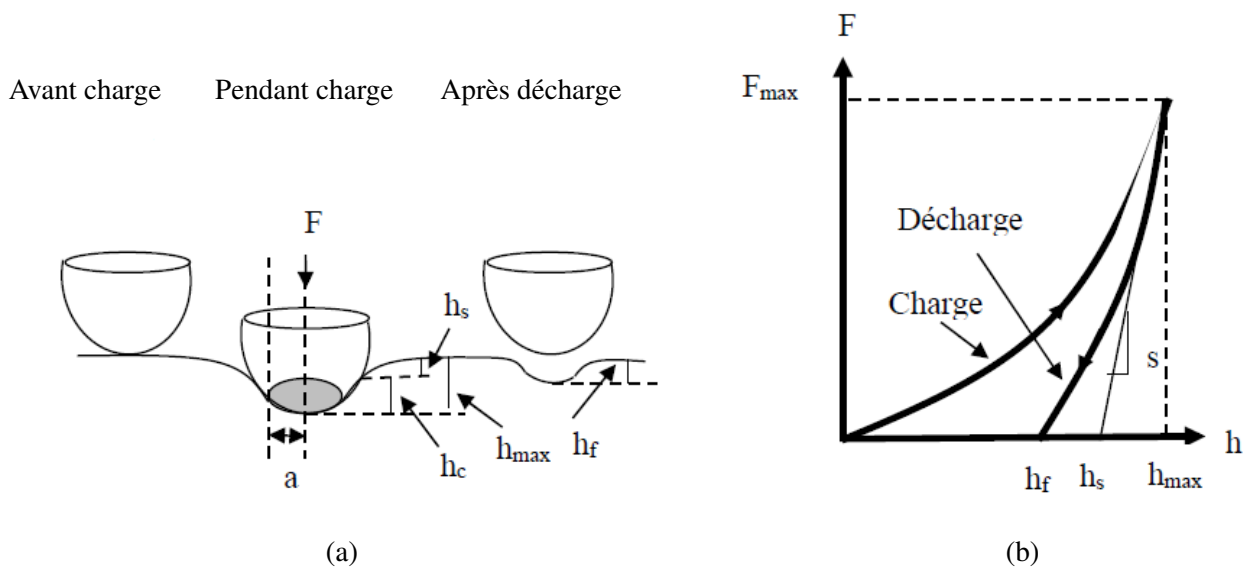


FIGURE 2.9 – Indentation instrumentée : (a) phase d'indentation et (b) courbe charge-décharge [146]

### 2.5.2.2 Objectif de l'essai

Le but de cet essai est de caractériser les stratifiés en évaluant leurs propriétés mécaniques que sont le module d'indentation et la dureté. Nous allons également étudier l'influence de la séquence d'empilement des couches sur les propriétés des composites hybrides.

### 2.5.2.3 Type d'éprouvette

Les essais d'indentation ne nécessitent pas une forme d'éprouvette particulière. Cependant, il faut s'assurer d'avoir deux surfaces planes et parallèles. Il est également important que la face sur laquelle l'essai va être réalisé soit en bon état de surface. Étant donné que les dommages occasionnés n'engagent qu'un faible volume de l'éprouvette, plusieurs mesures peuvent être faites sur la même éprouvette ; ce qui a d'ailleurs été notre cas. Nous avons donc effectué nos essais d'indentation sur des morceaux de plaques composites, après en avoir extrait les éprouvettes nécessaires aux autres essais (essais de flexion, essais de résilience, essais de vibrations), qui requièrent des normes spécifiques.

### 2.5.2.4 Protocole expérimental

L'essai d'indentation a la particularité d'être simple à mettre en œuvre.

La figure 2.10 montre le dispositif d'essai mis en place pour caractériser les différents stratifiés.

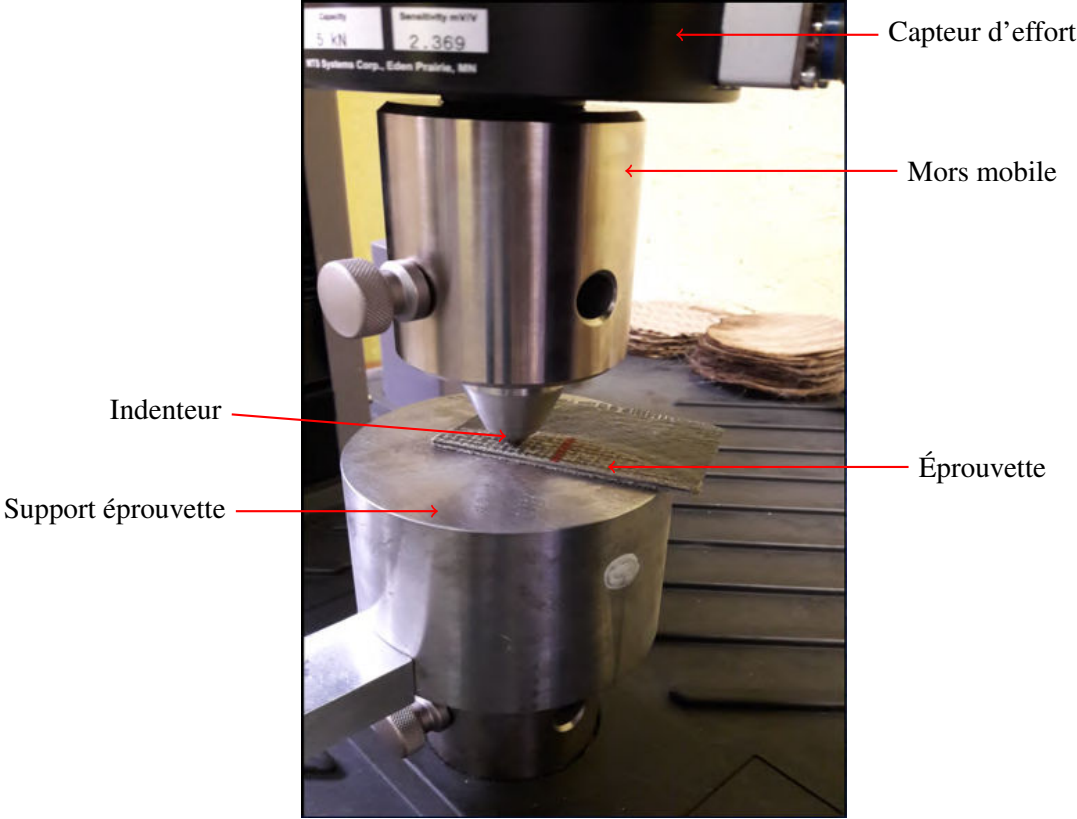


FIGURE 2.10 – Dispositif utilisé pour nos essais d’indentation

Le type d'indentation utilisé est l'indentation sphérique. Un indenteur doté d'une bille en acier, de 10 mm diamètre, est monté sur la machine de traction universelle MTS présentée antérieurement. L'indenteur, supporté par une pièce intermédiaire, est monté sur la machine au travers de son mors supérieur mobile.

Les essais se sont déroulés en température ambiante et, ont été pilotés en déplacement avec une vitesse de 1 mm/min aussi bien pour la phase de charge que pour la phase de décharge. La rigidité du support de l'éprouvette et du bâti de la machine permet l'application de l'effort sans vibration ni choc pouvant perturber la mesure. La charge maximale marquant la fin de la première phase de l'essai (charge) et le début de la deuxième (décharge) a été programmée à 5 kN. Par matériau, cinq essais ont été réalisés. L'effort d'indentation  $F$  et le déplacement de l'indenteur  $h$  sont mesurés en temps réel par la machine d'essai reliée à un ordinateur permettant l'acquisition des données. Ce déplacement représente la profondeur de l'enfoncement généré par l'indenteur dans le matériau. Les paramètres  $F$  et  $h$ , accessibles en fin d'essai, permettent de remonter aux propriétés mécaniques des matériaux.

### 2.5.3 La résilience

L'essai de résilience ou essai Charpy ou encore essai de choc est très utilisé dans le monde industriel pour caractériser la fragilité des matériaux. Son développement provient de sa facilité et sa rapidité d'exécution et du fait qu'il nécessite peu de matière. L'inconvénient de cet essai est qu'il donne des indications qui ne peuvent être rigoureusement transposées aux structures réelles car celles-ci sont généralement de dimensions plus grandes que celles de l'éprouvette [147].

Le principe de l'essai de résilience consiste à mesurer l'énergie absorbée par la rupture lors du choc d'une éprouvette sollicitée en flexion 3 points (voir 2.11 pour la géométrie); c'est pour cela que cet essai porte aussi le nom d'essai de choc par flexion. En effet, cet essai permet de déterminer de façon précise l'énergie nécessaire à la rupture d'une éprouvette suite à un choc calibré généralement produit par un marteau situé à une hauteur donnée de l'éprouvette. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un mouton pendule qui est également normalisé.

On définit la résilience du matériau comme l'énergie absorbée par l'éprouvette pendant le choc rapportée à la surface de la section. La résilience caractérise la résistance au choc.

#### 2.5.3.1 Objectif

Le but de cette expérience dans le cas de notre étude, est de trois ordres :

- déterminer la résilience de chacun des matériaux composites de notre étude;
- identifier le mode de rupture;
- étudier l'influence de la séquence d'empilement sur la résistance des stratifiés hybrides.

#### 2.5.3.2 Géométrie des éprouvettes

La géométrie et les dimensions des éprouvettes de résilience pour les polymères renforcés sont définies par la norme ISO 179-1. Comme on peut le voir sur la figure 2.11, les éprouvettes sont de forme parallélépipédique. Elles sont de longueur 80 mm et de largeur 10 mm. Les épaisseurs varient suivant les séquences. Contrairement aux éprouvettes métalliques qui sont souvent entaillées (pour favoriser une concentration de contrainte), nos éprouvettes composites ont été testées dans une configuration lisse.

#### 2.5.3.3 Protocole expérimental

La figure 2.12 montre le dispositif utilisé dans le cadre des essais de résilience. Ce dispositif expérimental est composé d'un bras oscillant sur lequel est fixé un marteau. Ce marteau de capacité 5J vient

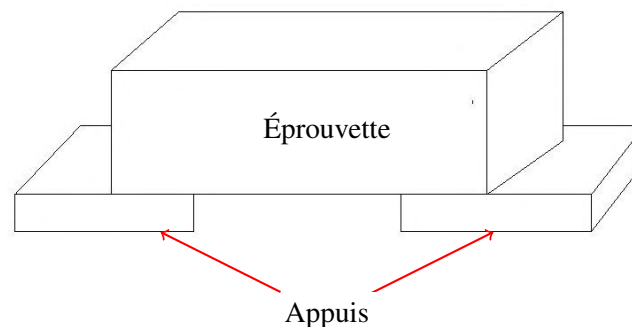


FIGURE 2.11 – Éprouvette de résilience posée sur deux appuis (sollicitée en flexion 3 points lors du choc avec marteau)

taper en son milieu l'éprouvette en butée sur deux appuis distants de 62 mm. Selon la géométrie du pendule, au moment du choc, la vitesse du marteau tourne autour de 5 m/s.

La ténacité des composites, définie comme la résistance à la propagation de fissure, peut être déduite à partir des mesures effectuées lors des essais Charpy et de la section de l'éprouvette.

Quatre éprouvettes ont été testées par séquence d'empilement et tous les essais ont été réalisés à température ambiante.

Une analyse des éprouvettes rompues permet de qualifier le type de rupture subi par l'éprouvette (rupture complète, rupture partielle, délaminage ...). Suivant la résistance du matériau, l'éprouvette se déforme et se rompt, complètement ou non. Après choc, entraînée par le marteau, l'éprouvette quitte donc les appuis. L'énergie qu'elle absorbe pendant le choc est donnée par la différence d'énergie potentielle entre la position initiale ( $h_i$ ) du marteau et la position finale ( $h_f$ ) qu'il a atteinte.

$$K = mg(h_i - h_f) \quad (2.2)$$

avec  $m$  la masse du marteau et  $g$  l'accélération de la pesanteur.

Cette différence d'énergie potentielle est déterminée à l'aide d'un cadran permettant de mesurer l'angle de rotation du pendule.

## 2.5.4 La flexion trois points

### 2.5.4.1 Principe

La flexion trois points est le cas de charge le plus utilisé parmi tous les essais de flexion sur les matériaux. L'essai de flexion trois points consiste tout simplement à faire déformer (éventuellement jusqu'à la ruine), à l'aide d'un appui mobile, une éprouvette reposant sur deux autres appuis fixes, en exerçant une charge continue dessus. La charge s'applique sur la face supérieure de l'éprouvette.

### 2.5.4.2 Objectif

L'objectif des essais de flexion est de :

- mesurer les propriétés de flexion des différents stratifiés telles que la contrainte à la rupture et le module de flexion ;
- étudier l'influence de la séquence d'empilement des couches sur les propriétés des stratifiés hybrides ;
- de pouvoir comparer des résultats donnés par une approche analytique (qui sera développée dans le chapitre 5) avec les résultats expérimentaux.

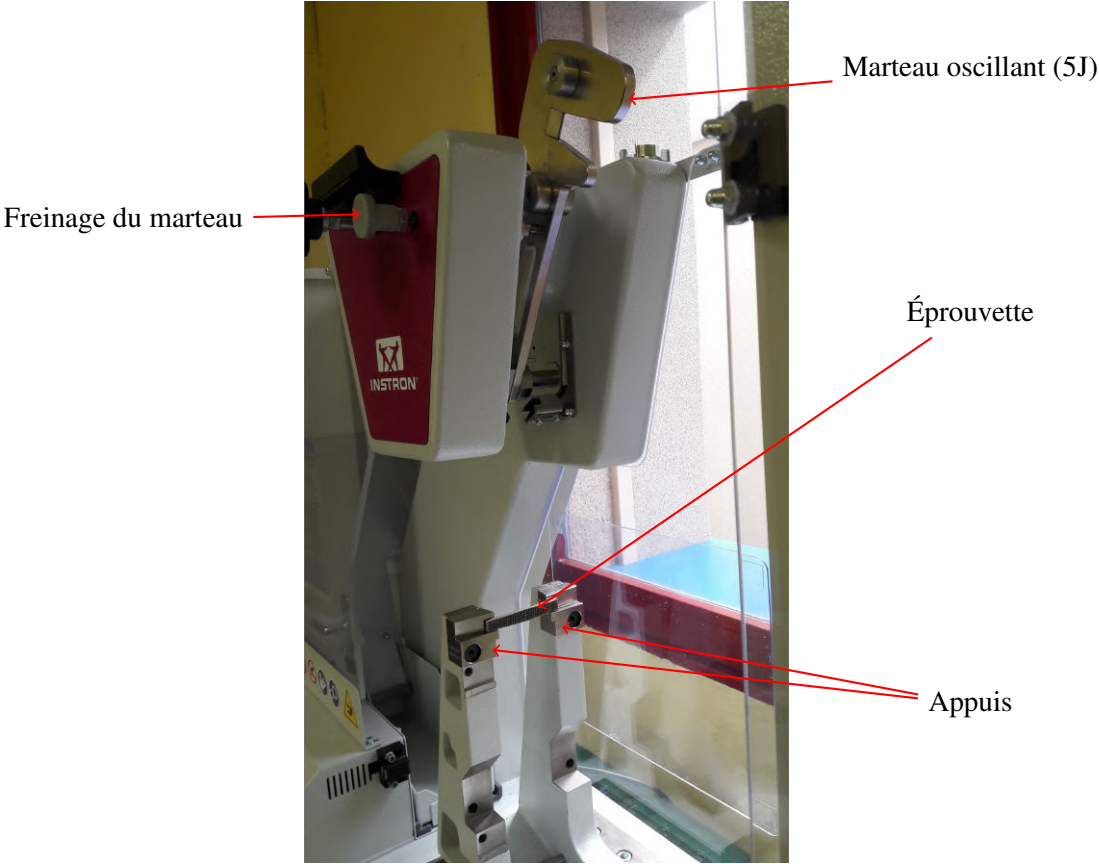


FIGURE 2.12 – Dispositif expérimental pour l’essai de résilience

### 2.5.4.3 Géométrie des éprouvettes

La norme ISO 14125 a été appliquée pour déterminer la géométrie et les dimensions des éprouvettes de flexion. Toutes les éprouvettes sont de forme parallélépipédiques. Cependant, elles n'ont pas toutes les mêmes dimensions. En effet, les dimensions des éprouvettes sont fonction de leurs épaisseurs. Dans le cas des polymères renforcés par des tissus (matériau de classe II selon la norme), pour une épaisseur de 4 mm, les dimensions sont fixes (80 mm de long et 15 mm de large). Mais, toutes nos plaques composites ont des épaisseurs en-dessous de cette valeur. Donc une formule, donnée par la norme, a été appliquée. Si, nous désignons par  $h$  ( $1 \leq h \leq 4$ ) l'épaisseur de l'éprouvette, sa largeur,  $b$ , est toujours fixée à 15 mm ( $b = 15\text{mm}$ ) tandis que sa longueur  $l$  est donnée par :

$$l = 20 h \quad (2.3)$$

La portée  $L$  est définie comme la distance entre les appuis (inférieurs) sur lesquels repose l'éprouvette. Elle est donnée par la relation 2.4.

$$L = 16 h \quad (2.4)$$

### 2.5.4.4 Préparation des éprouvettes

Le déplacement de l'éprouvette a été mesuré par corrélation d'images numériques (CIN). La technique de mesure de déplacement ou de déformation par CIN demande un certain nombre de précautions pour avoir des résultats précis et fiables. Dans notre cas, une préparation de surface est nécessaire.

Un *mouchetis* a été réalisé dans la tranche de l'éprouvette afin de créer un motif aléatoire pouvant permettre de réaliser une bonne mesure. Ainsi, une couche de peinture blanche mate a été appliquée dans un premier temps sur la tranche sur laquelle on réalise ensuite aléatoirement quelques taches de peinture noires plus ou moins grosses.

Une étude [148] a montré l'influence du nombre de taches et de leur taille au sein du mouchetis sur la qualité de la corrélation d'images. Il a été démontré que les motifs possédant un nombre important de taches avec un grand diamètre donnent de meilleurs résultats en termes de calcul de déplacement ou de déformation.

Cependant, la réalisation d'un bon mouchetis n'est pas simple. Il est difficile d'avoir à la fois de bonnes tailles des taches et une bonne répartition. Nous avons donc fait plusieurs tentatives avant d'avoir des motifs qui nous ont permis de faire de bonnes mesures. Bien que ce n'est pas très visible, nous pouvons tout de même distinguer la présence des motifs dans la tranche de l'éprouvette présentée sur la figure 2.13.

### 2.5.4.5 Dispositif expérimental

Les essais ont été menés sur une machine de traction universelle de type MTS Criterion, équipée d'une cellule d'effort de 5 kN qui mesure l'effort exercé par l'appui supérieur sur l'éprouvette. La machine est équipée d'un système d'acquisition automatique qui enregistre l'évolution de la charge en fonction du déplacement de la traverse au fil de l'essai. Mais le déplacement de la traverse ne correspond pas forcément au déplacement de l'éprouvette. C'est pour cela que, pour s'affranchir de la contribution parasite de la machine, le déplacement a été mesuré par la technique de corrélation d'image.

Comme décrit dans une section de la partie dédiée aux essais de compaction (section 2.5.1.3), tous les essais de flexion ont été filmés via le même dispositif. Et, la fréquence d'acquisition est dans ce cas d'une image toutes les cinq secondes. La figure 2.14 montre le dispositif expérimental de flexion.

Par séquence d'empilement, cinq échantillons ont été sollicités et, avant d'effectuer les essais, tous ont été séchés au four durant 1h afin d'éliminer les traces d'humidité. Tous les essais ont été conduits jusqu'à la rupture totale des échantillons, à une vitesse constante de 0.5 mm/min.

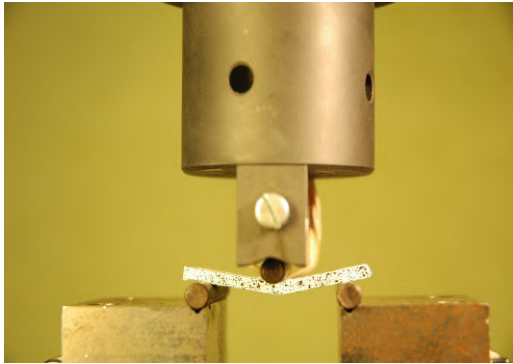




(a) Début d'essai



(b) En cours d'essai



(c) Fin d'essai

FIGURE 2.13 – Évolution de la déformation de l'éprouvette durant l'essai de flexion. Exemple de la séquence [CCLL]s

Parce qu'une différence relativement importante du taux d'humidité peut influencer sur les résultats expérimentaux, la température et l'humidité relative de l'air ont été mesurées avant le déroulement des essais, afin d'être sûr que tous les matériaux ou toutes les éprouvettes, ont été testés dans les mêmes conditions expérimentales. Le taux d'humidité relative était de 52,3 % alors que la température s'élevait à 20,5°C.

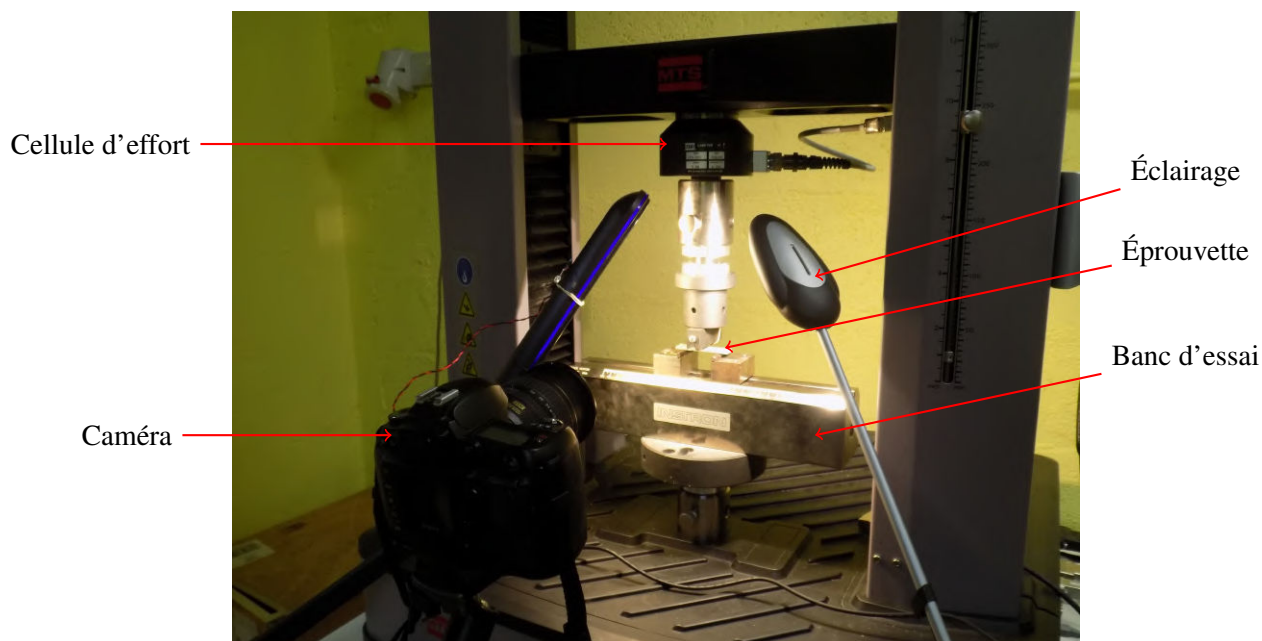


FIGURE 2.14 – Dispositif d'essai de flexion

### 2.5.4.6 Validation du calcul CIN

Afin de valider les calculs de déplacement effectués par corrélation d'images, nous les avons confrontés avec les déplacements mesurés directement par la traverse de la machine d'essai. Le logiciel de CIN utilisé dans le cadre de ce travail est le logiciel 7D développé par P. Vacher et T. Coudert au laboratoire SYMME d'Annecy [149].

La figure 2.15 indique l'évolution des comportements de l'ensemble des séquences aussi bien pour l'étude réalisée en corrélation que pour le déplacement de la traverse. On remarque qu'il y a une bonne concordance entre les deux méthodes. Les tendances sont similaires. Ce qui montre que notre démarche de calcul est en accord avec la réalité expérimentale.

Néanmoins, on observe un écart entre les deux courbes caractéristiques relatives aux deux méthodes. Cet écart s'explique par une présence de jeu dans la machine ou par le déplacement des corps rigides. En réalité, la technique de corrélation d'image ne se focalise que sur l'éprouvette et donc elle élimine tout jeu ou déplacement parasite ou encore le poinçonnement de l'éprouvette sur les appuis. C'est pour cela que les déplacements de CIN sont inférieurs à ceux mesurés par la machine.

Dans tous les résultats qui seront présentés dans cette thèse par rapport à la flexion, seuls les déplacements mesurés par CIN seront pris en compte, car nous considérons qu'ils sont les déplacements réels de l'éprouvette.

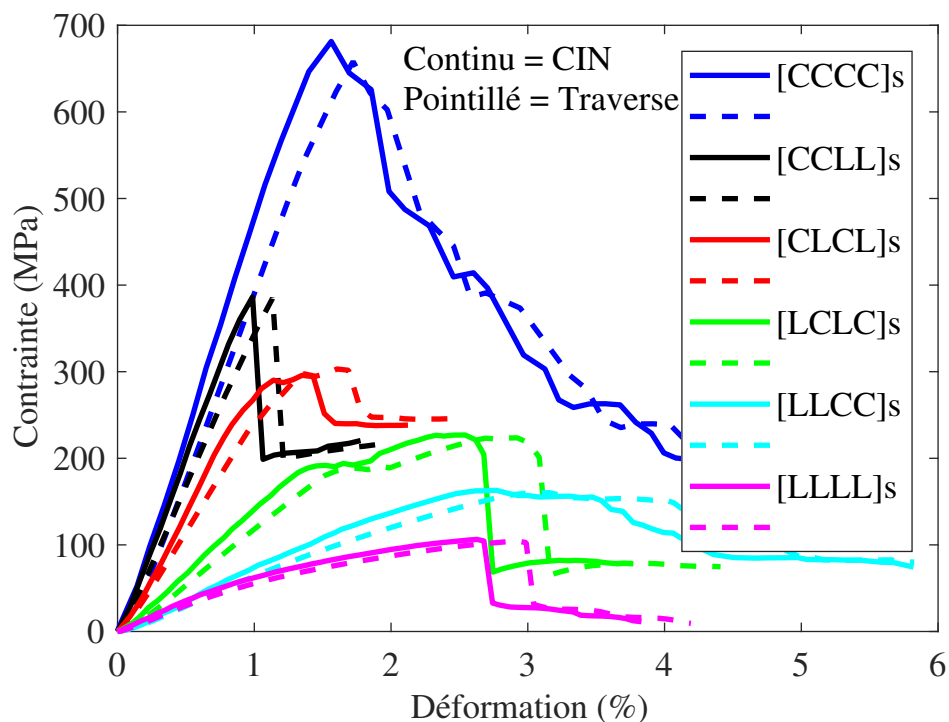


FIGURE 2.15 – Validation du calcul de déplacement par CIN (Corrélation d'images numériques)

#### 2.5.4.7 Mode de rupture

L'essai de flexion trois points est gouverné par trois composantes du champ de contraintes. Il s'agit des contraintes de traction (subies par les couches inférieures à la fibre neutre et opposées à la surface d'application de la charge), des contraintes de compression (subies par les couches supérieures à la fibre neutre) et des contraintes de cisaillement interlaminaire le long de la fibre neutre [150].

La figure 2.16 montre les différents modes de rupture possibles dans le cadre d'un essai de flexion. Les modes de rupture sont fonction des caractéristiques du matériau et de l'élancement<sup>4</sup>. Pour un composite stratifié, les caractéristiques dont dépend le mode de rupture sont les matériaux constitutifs et la séquence d'empilement.

Les 6 modes de ruptures illustrés par la figure 2.16 sont définis comme suit :

- ① rupture des fibres en traction ;
- ② rupture en traction de la couche externe inférieure ;
- ③ rupture en compression ;
- ④ rupture en traction avec cisaillement interlaminaire ;
- ⑤ rupture en compression avec cisaillement inter et intralaminaire ;
- ⑥ rupture en cisaillement interlaminaire.

#### 2.5.5 Essai de vibrations

La question des vibrations des structures est une véritable préoccupation pour le monde industriel dans tous ses secteurs. Pour réduire les problèmes structuraux tels que la fatigue, il est nécessaire d'amor-

4. Distance entre les appuis inférieurs

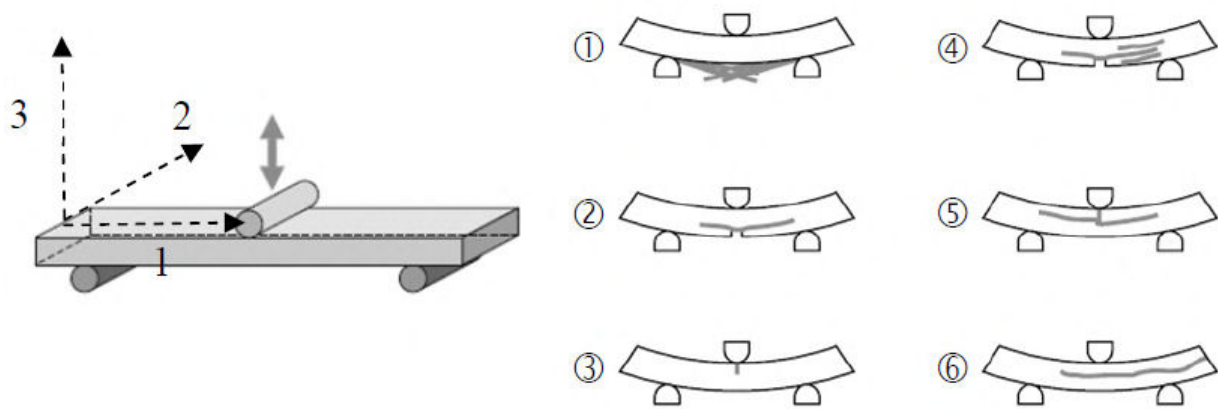


FIGURE 2.16 – Représentation d'un essai de flexion trois points et des différents modes de rupture qui y sont liés [150]

tir ces vibrations. L'amortissement est défini comme la dissipation d'énergie dans la structure. Cet amortissement est une caractéristique importante du comportement dynamique de la structure.

Ainsi, pour des applications à hautes performances il faut non seulement réunir de bonnes propriétés mécaniques mais aussi de bonnes propriétés dynamiques au sein des structures.

Les composites en fibres synthétiques ont d'excellentes propriétés mécaniques mais de moindres propriétés dynamiques. Or la fibre de lin est reconnue pour ses bonnes caractéristiques dynamiques. Il paraît donc logique d'hybrider les fibres synthétiques, en l'occurrence la fibre de carbone avec des fibres de lin afin d'améliorer leurs propriétés dynamiques. En tirant profit du pouvoir d'amortissement du lin et de la qualité mécanique du carbone, on peut élaborer un composite ayant à la fois de bonnes performances mécaniques et dynamiques.

### 2.5.5.1 Objectif de l'essai

L'objectif est de connaître le comportement dynamique de chacun des stratifiés (caractériser leurs propriétés vibratoires) et d'analyser l'influence de la séquence d'empilement sur les propriétés des hybrides.

### 2.5.5.2 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes de vibration sont de forme parallélépipédique. L'éprouvette doit être suffisamment longue pour générer un nombre suffisant de modes de vibration pour les analyses (au moins quatre) mais aussi pour avoir suffisamment de marge pour pouvoir encastrier l'éprouvette. Les dimensions des éprouvettes sont toutes de 200 mm x 20 mm quelle que soit la séquence d'empilement. Il faut toutefois retenir que 40 mm ont été utilisés sur la longueur pour assurer l'encastrement, et donc le test n'a été effectué que sur une longueur de 160 mm.

### 2.5.5.3 Protocole expérimental

La figure 2.17 montre une vue d'ensemble du dispositif expérimental utilisé.

Pour mesurer des modes de flexion, les poutres ont été testées dans une configuration encastree-libre conformément à la norme ASTM E 756-98,.

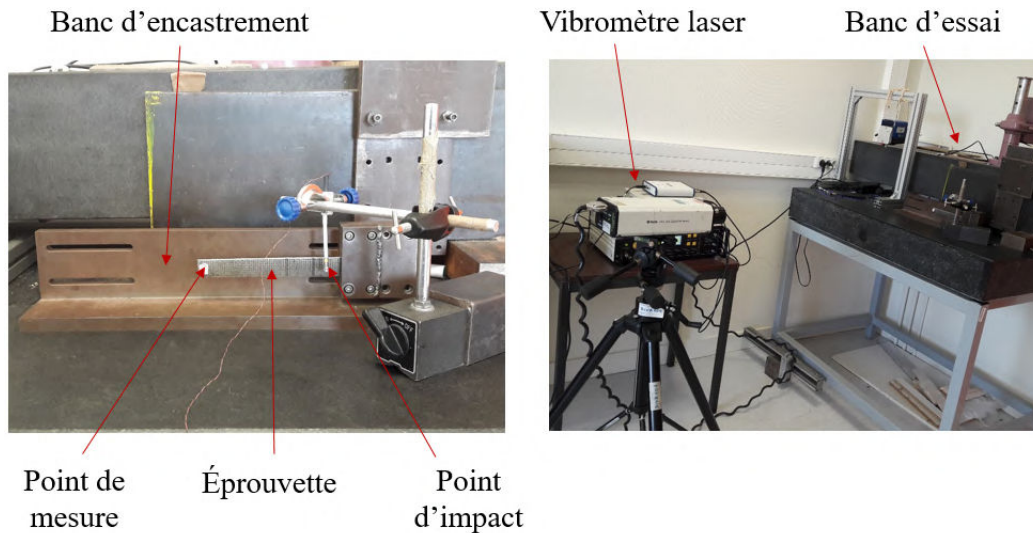


FIGURE 2.17 – Vue d'ensemble du dispositif expérimental du test de vibration

Tout près de l'extrémité encastree, la poutre a été excitée par un marteau d'impact de type PCB 070A02 (actionné manuellement). Un vibromètre laser de type OFV 303 mesure le déplacement à l'extrémité libre de la poutre.

Les signaux d'excitation et ceux de réponse sont numérisés et traités par un analyseur de signaux dynamiques développé par LabVIEW. L'analyseur de signaux dynamiques est associé à un logiciel de contrôle et de traitement de signaux. Ce système effectue donc l'acquisition des signaux et, contrôle les conditions d'acquisition et d'analyse des signaux.

Les facteurs d'amortissement proviennent de la transformée de Fourier de la fonction de réponse en fréquence à une entrée impulsionnelle.

Tous les tests ont été effectués à température ambiante et quatre essais ont été réalisés par séquence d'empilement. Il est nécessaire d'éviter des bruits dans la salle d'expérience lors de l'acquisition des fonctions de transfert, au cours d'un test de vibration. Ces bruits pourraient créer des distorsions au niveau des résultats.

Les paramètres qui nous permettent d'évaluer le potentiel dynamique des stratifiés sont les fréquences propres et les coefficients d'amortissement modaux. Ces paramètres sont calculés à partir des fonctions de transfert. Ce calcul sera exposé en détail dans le chapitre 5, consacré à l'analyse vibratoire des composites.

Le point d'impact et le point de mesure sont repérés sur toutes les éprouvettes. Ceci dans le but de s'assurer que nous ayons les mêmes coordonnées de ces deux points sur l'ensemble des éprouvettes. Il faut cependant, que ces deux points soient choisis de telle manière qu'aucun d'entre eux ne soit un mode de vibration, qu'un maximum de modes de vibration soient excités et qu'aucune influence ne soit exercée sur les paramètres modaux par apport d'une masse ou d'une raideur ou encore d'un amortissement non négligeable. Un papier réfléchissant a été posé au point de mesure à l'extrémité libre de l'éprouvette afin d'en faciliter la mesure du déplacement par le vibromètre laser.

La figure 2.18 montre un exemple de fonction de transfert obtenue lors des essais. Cette fonction de transfert est composée de plusieurs pics de résonance qu'on assimile aux fréquences propres des poutres. Les modes que nous recherchons sont les premiers modes de flexion.

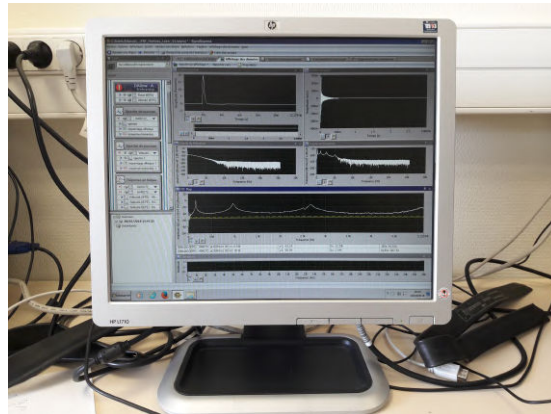


FIGURE 2.18 – Moniteur affichant un exemple de fonction de transfert

## 2.6 Conclusions

- La résine époxy a été choisie pour sa compatibilité avec la méthode de mise en œuvre et son bon écoulement au sein du renfort ;
- la technique d’infusion de résine à travers l’épaisseur (afin d’assurer une bonne répartition de la résine) de la préforme a été utilisée pour la mise en œuvre des composites stratifiés ;
- cette technique a été employée pour sa facilité de mise en œuvre, pour le faible investissement requis et pour le fait qu’elle permet d’évacuer les bulles d’air grâce au système de pompe à vide, ce qui va contribuer à la réduction de la porosité des plaques finales ;
- les tests de caractérisation qui nous permettront de connaître les propriétés des renforts secs et celles des stratifiés élaborés ont été présentés dans ce chapitre. Il s’agit notamment d’essais de compaction, de flexion, de choc, d’indentation et de vibration.
- les résultats issus de cette campagne expérimentale seront progressivement exposés dans la suite de ce document ;
- le chapitre suivant sera consacré à l’étude du comportement des renforts secs en compaction.

## Chapitre 3

# Compaction de renforts secs pour matériaux composites stratifiés

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Présentation des renforts</b>	<b>75</b>
3.1.1	L'architecture des différents renforts	75
3.1.2	La nature des renforts	76
<b>3.2</b>	<b>Compaction des renforts secs</b>	<b>79</b>
3.2.1	Exploitation des essais de compaction	79
3.2.2	Taux de remplissage surfacique	82
3.2.3	Modèle de compaction	84
3.2.4	Précision de l'ajustement	84
3.2.5	Identification des phases de compaction	86
3.2.6	Résultats des essais	89
<b>3.3</b>	<b>Conclusions</b>	<b>103</b>

---

## 3.1 Présentation des renforts

### 3.1.1 L'architecture des différents renforts

Afin de mieux comprendre l'architecture des renforts et de réaliser la différence qu'ils présentent les uns par rapport aux autres, nous allons présenter dans cette première section les caractéristiques des différents renforts utilisés au cours de cette thèse.

#### 3.1.1.1 Les unidirectionnels (UD)

Ce sont des nappes ou des rubans constitués de fibres parallèles entre elles et orientées dans une seule direction. Lorsque la liaison transversale entre les fibres est assurée par de la résine, on parle de préimprégnés. Cette cohésion transversale inter-fibres peut être également réalisée par un léger tissage où les fibres de tissage (dans le sens transversal) sont de l'ordre de 2% de la masse totale du renfort. On parle de renfort *quasi-unidirectionnel* lorsque ce tissage transversal présente des fibres en quantité faible par rapport aux fibres du sens longitudinal.

#### 3.1.1.2 Les bi-biais

Les tissus bi-biais (ou bi-axiaux) sont composés de deux nappes unidirectionnelles positionnées à  $+45^\circ/-45^\circ$  et maintenues par un fil de couture dans le sens de l'épaisseur.

#### 3.1.1.3 Les tissus

Un tissage est un procédé de fabrication de textile dans lequel deux ensembles distincts de mèches sont entrelacés à angle droit pour former un tissu. Le tissu est généralement fabriqué sur un métier à tisser. Les fils qui sont dans le sens du métier sont appelés des fils de *chaîne* et les fils transverses prennent le nom de fils de *trame*.

On appelle *armure* le mode d'entrelacement des fils de chaîne et de trame c'est-à-dire la manière dont ces deux types de fils s'entrecroisent les uns avec les autres. On distingue principalement trois familles d'armures : la toile, le sergé et le satin.

**La toile (appelé aussi tissage simple ou uni) :** dans l'armure toile, chaque fil de trame passe alternativement, à chaque rangée, au-dessus puis en-dessous de chaque fil de chaîne. C'est l'armure la plus ancienne et la plus simple. Elle est aussi la moins déformable du fait d'un grand nombre d'entrecroisements.

**Le sergé :** cette armure est facile à repérer car elle crée des lignes en diagonale. Le fil de trame flotte au-dessus de un ou plusieurs fils de chaîne puis passe en-dessous de un ou plusieurs fils de chaîne. De plus, chaque nouveau fil de trame se décale par rapport au précédent pour que les passages sous le fil de trame ne soient pas alignés mais forment un effet oblique.

**Le satin :** ici, le fil de chaîne chevauche plusieurs fils de trame avant de repasser sous un fil de trame et de recommencer. Le satin est la plus complexe des armures car le passage du fil de trame sous le fil de chaîne est variable et déterminé grâce à des méthodes mathématiques en fonction de l'aspect final que l'on souhaite obtenir pour le tissu. C'est l'armure la plus déformable et elle est souvent utilisée pour réaliser des formes complexes. Le satin reste l'armure tissée qui présente le moins d'oscillation des mèches et possède donc de bonnes caractéristiques mécaniques dans le plan. La différence avec le sergé réside dans le décalage des points de tissage entre deux mèches consécutives qui ne se touchent jamais pour le satin.



### 3.1.2 La nature des renforts

Les essais de compaction ont été menés sur douze renforts différents. Il s'agit de renforts en lin, en carbone et en verre.

#### 3.1.2.1 Les renforts lin

Huit renforts à base de fibres de lin sont impliqués dans cette étude. Ils sont tous produits en France et proviennent de diverses entreprises.

Les avantages de la fibre de lin sont nombreux. Ces fibres offrent notamment une faible densité (donc un allègement de la structure), une rigidité spécifique plus élevée que celle des fibres de verre, une absorption des vibrations plus élevée que celle des fibres de carbone et de verre, des isolations thermique et acoustique supérieures à celles du carbone, et elles ont un faible impact sur l'environnement comparativement à la fibre de verre par exemple.

Les fibres de lin constituant ces différents renforts sont passées par les quatre étapes habituelles de préparation du lin textile : l'arrachage, le rouissage, le teillage et le peignage. Même si les caractéristiques mécaniques de ces renforts ne sont pas connues, on peut se référer aux informations fournies dans le chapitre 1.

Les renforts lin utilisés dans nos travaux comportent une toile<sup>1</sup>, deux sergés, deux bi-biais, un UD, un quasi UD et un UD grille (UD normal + 2 légers tissages perpendiculaires dans le sens longitudinal et transversal). Le tableau 3.1 résume les caractéristiques relatives à chacun de ces renforts. Le *titrage* (3<sup>ème</sup> colonne du tableau) est la mesure utilisée pour déterminer la grosseur ou la finesse d'un fil ou d'une mèche. L'unité de mesure internationale du titrage est le tex, donné en gramme par kilomètre.

Armure	Grammage (g/m <sup>2</sup> )	Titrage (tex) (g/km)	Type	Réf. photo
Toile	240	60	fil	L1 (fig. 3.1a)
Sergé 2/2	370	514	mèche	L2 (fig. 3.1b)
Sergé 1/3	720	2769	mèche	L3 (fig. 3.1c)
Bi-biais 2x45°	250	-	nappe de fibres	L4 (fig. 3.1d)
Bi-biais 2x45°	750	-	nappe de fibres	L5 (fig. 3.1e)
UD	175	-	nappe de fibres	L6 (fig. 3.1f)
UD Grille	200	2000	mèche	L7 (fig. 3.1g)
Quasi UD	200	556	mèche	L8 (fig. 3.1h)

Tableau 3.1 – Caractéristiques des renforts lin

Nous avons notamment réalisé des essais de compaction sur ces différents renforts de lin mais un seul parmi eux a été utilisé pour la mise en œuvre et la caractérisation mécanique.

#### 3.1.2.2 Le renfort carbone

Les fibres de carbone sont essentiellement utilisées pour renforcer les matériaux composites. Elles sont réputées pour leurs hautes performances mécaniques, surtout en traction. Les caractéristiques mécaniques de ces fibres ont été présentées dans le chapitre 1. Le renfort carbone utilisé dans le cadre de cette étude est un tissu bidirectionnel équilibré 0/90° à structure sergé 2/2, et ayant un grammage 189 g/m<sup>2</sup>.

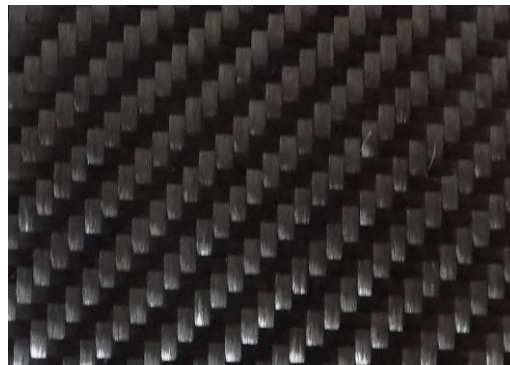
1. Pour la toile en lin, c'est un titrage du fil. Mais tous les autres titrages (y compris le verre et le carbone) sont des titrages de mèche.



FIGURE 3.1 – Apparence des renforts lin

Armure	Grammage (g/m <sup>2</sup> )	Titrage en tex (g/km)	Type	Réf. photo
Sergé 2/2	189	189	mèche	C1 (fig. 3.2)

Tableau 3.2 – Caractéristiques du renfort carbone



C1

FIGURE 3.2 – Apparence du renfort carbone

### 3.1.2.3 Les renforts verre

Les renforts à fibres de verre impliqués dans notre travail de thèse sont des tissés à structures satin et sergé. Trois renforts ont été utilisés. Deux parmi eux sont des satins de 4 (l'un est fin (275 g/m<sup>2</sup> de grammage) et l'autre est plutôt grossier avec un grammage de 560 g/m<sup>2</sup>) et le troisième est un sergé 2/2 de grammage 400 g/m<sup>2</sup>. Les fibres de verre ont de très bonnes caractéristiques spécifiques et sont largement utilisées dans le renforcement des plastiques. Les propriétés mécaniques des tissus de verre utilisés dans cette étude ne sont pas connues mais il s'agit de tissu de verre E standard. Le tableau 3.3 résume les propriétés mécaniques de ce type de verre.

Propriétés mécaniques	Valeurs
Contrainte à la rupture en traction (MPa)	3200 - 3400
Module d'Young en traction (GPa)	72 - 73
Allongement à la rupture (%)	4,6 - 4,8

Tableau 3.3 – Propriétés mécaniques des fibres de verre [151]

Armure	Grammage (g/m <sup>2</sup> )	Titrage en tex (g/km)	Type	Réf. photo
Sergé 2/2	400	312,5	mèche	V1 (fig. 3.3a)
Satin de 4	275	306	mèche	V2 (fig. 3.3b)
Satin de 4	560	1167	mèche	V3 (fig. 3.3c)

Tableau 3.4 – Caractéristiques des renforts verre



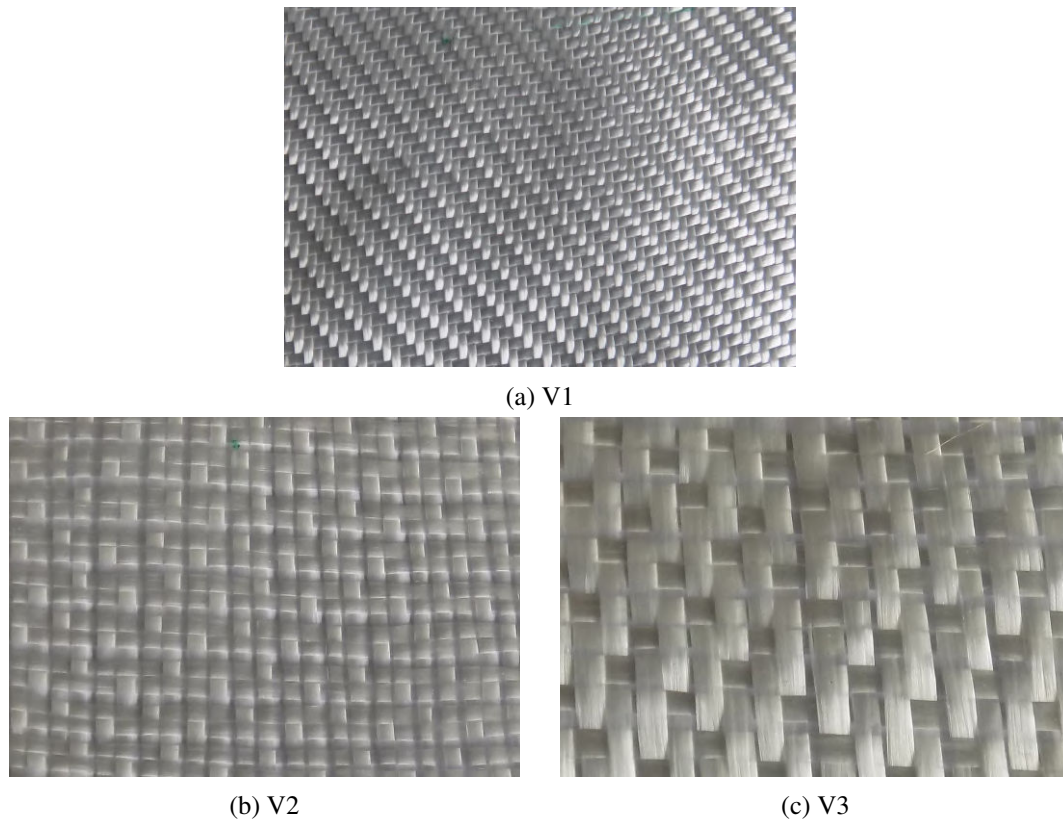


FIGURE 3.3 – Apparence des renforts verre

## 3.2 Compaction des renforts secs

Après avoir évoqué l'importance du phénomène de compaction dans la mise en œuvre d'un composite à renforts fibreux et exposé la technique expérimentale qui permet de solliciter un renfort en compaction, nous allons à présent aborder les résultats obtenus.

### 3.2.1 Exploitation des essais de compaction

Même si en comparant la forme du renfort après compaction avec sa forme initiale (renfort non déformé) on peut intuitivement avoir une idée sur son état de compaction, il est plus réaliste d'analyser la situation sur la base d'un paramètre physique.

D'ordinaire, lorsqu'on veut connaître le comportement d'un matériau en mécanique, on exprime l'évolution de sa contrainte en fonction de sa déformation. Mais, dans le cadre de la compaction d'un empilement de renforts secs, vu le caractère difficile de l'évaluation de l'épaisseur initiale de l'empilement, il serait inapproprié de calculer une déformation pour rendre compte du comportement du renfort. C'est pour cela qu'il est plus judicieux de calculer le taux volumique de fibres contenues dans l'empilement et de construire nos analyses autour.

On aura donc compris qu'au lieu d'une évolution contrainte-déformation, les résultats des essais de compaction présenteront l'évolution de la contrainte de compaction (ou pression de compaction) en fonction du taux volumique de fibres.

Le taux volumique de fibres dans l'empilement,  $V_f$ , est donné par le rapport du volume de fibres,  $v_{fibres}$ , au volume de l'empilement. L'empilement de renforts secs peut être considéré comme un composite sans matrice (fibres + vide),  $v_{empilement}$ .

On a :

$$V_f = \frac{v_{fibres}}{v_{empilement}} \quad (3.1)$$

or

$$v_{fibres} = \frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}} = \frac{G'_{fibres} S}{\rho_{fibres}} \quad \text{et} \quad v_{empilement} = S e_{compactée} \quad (3.2)$$

donc :

$$V_f = \frac{\frac{G'_{fibres} S}{\rho_{fibres}}}{S e_{compactée}} = \frac{G'_{fibres}}{\rho_{fibres} e_{compactée}} \quad (3.3)$$

avec :

- $m_{fibres}$  : masse des fibres ;
- $\rho_{fibres}$  : densité ou masse volumique des fibres ;
- $S$  : surface compactée ;
- $G'$  : masse surfacique de l'empilement. Et :  $G' = G n$  où  $G$  est la masse surfacique d'un pli et  $n$ , le nombre de plis ;
- $e_{compactée}$  : épaisseur compactée. Et :  $e_{compactée} = e_i - \Delta e$ , où  $e_i$  est l'épaisseur initiale et  $\Delta e$ , la variation d'épaisseur. Cette dernière est mesurée par la machine d'essai.

Finalement, le taux de fibres de l'empilement est donné par la relation 3.4 :

$$V_{fibres} = \frac{G n}{\rho_{fibres} e_{compactée}} \quad (3.4)$$

Dans le tableau 3.5, on peut retrouver les valeurs des masses volumiques des fibres utilisées le long de nos calculs.

Matériau	Lin	Carbone	Verre
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	1,54	1,7	2,6

Tableau 3.5 – Valeurs des masses volumiques utilisées

### Calcul de l'épaisseur initiale $e_i$

L'épaisseur initiale de l'empilement est assimilée à l'espacement entre les deux plateaux de compaction.

Dans tous les essais, à l'exception de l'essai réalisé sur le tissu de lin à 720 g/m<sup>2</sup> de grammage, nous avons mesuré cette épaisseur grâce à une cale étalon en acier. Vu que l'épaisseur de la cale est parfaitement connue, on peut supposer qu'elle est égale à  $e_i$ , sachant qu'on s'est assuré qu'il n'y avait pas de jeu entre la cale et les plateaux.

Pour calculer  $e_i$  pour l'empilement du tissu de lin 720 g/m<sup>2</sup> de grammage, un traitement d'images a été effectué. La figure 3.4 montre le calcul de cette épaisseur. Les hauteurs des deux plateaux de compaction,  $h$  et  $h'$ , sont physiquement connues. La hauteur  $H$  est donnée par traitement d'images. En effet, avant de commencer l'essai, une photo du dispositif a été prise et l'analyse de cette photo nous a permis de connaître la grandeur  $H$ .

Nous avons eu recours à cette méthode parce que cet empilement était particulièrement épais et nous ne disposions d'aucun outil pour déterminer physiquement l'écart entre les plateaux.

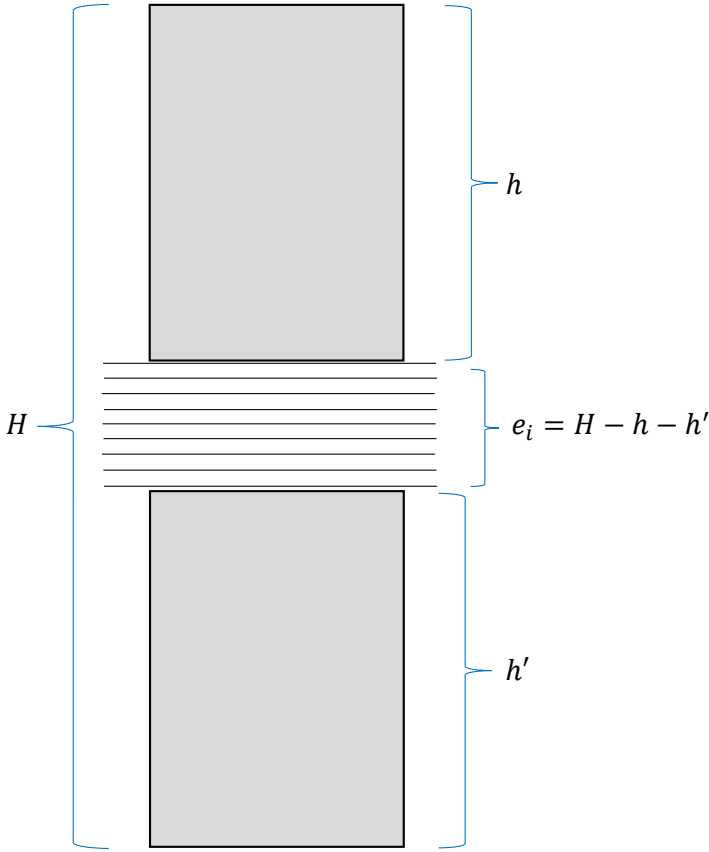


FIGURE 3.4 – Schéma montrant le calcul de l'épaisseur  $e_i$  pour le tissu de lin 720 g/m<sup>2</sup>

### Pression de compaction

Lors des essais, l'effort exercé par la machine est relevé en fonction du déplacement relatif correspondant à la variation d'épaisseur de l'empilement de renfort,  $\Delta e$ . La surface de contact entre le plateau et le renfort étant constante durant tout l'essai, on peut aisément estimer la pression exercée sur l'empilement de renfort. Cette pression est donnée par le rapport classique de l'effort à la surface.

$$P = \frac{F}{S} = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (3.5)$$

avec :

- $F$  : effort de compaction ;
- $S$  : surface de contact entre le renfort et le plateau ;
- $d$  : diamètre du plateau de compaction ( $d=100$  mm).

### 3.2.2 Taux de remplissage surfacique

Afin de calculer le taux de remplissage des tissus, nous avons procédé par traitement d'images. La démarche qui sera présentée ci-après est appliquée à chacun des renforts.

1. **Photographie des renforts** : des observations directes ont été réalisées sur les renforts. Pour ce faire, une caméra a été utilisée. Les renforts ont été posés sur un support lumineux qui les éclaire du bas. La caméra, reliée à un système d'acquisition, se trouve à une distance fixe du renfort. Les images prises sont d'une taille de  $1280 \times 1024$  pixels<sup>2</sup>, sachant qu'un pixel correspond à  $19.5 \mu\text{m}$ . Par renfort, nous avons pris exactement 20 photos sur 20 échantillons différents.
2. **Histogramme de l'image** : un histogramme est une courbe statistique qui indique la répartition des pixels de l'image suivant leur valeur. L'histogramme nous a permis de définir un seuil (niveau de gris compris entre 0 et 255) en vue de la segmentation de l'image.
3. **Seuillage de l'image** : le seuillage est la méthode la plus utilisée en segmentation d'image numérique. Il permet de créer une image ne comportant que deux niveaux de gris. La valeur 255 correspond à un pixel blanc alors que la valeur 0 est attribuée à un pixel noir. Donc tout pixel dont la valeur est supérieure au seuil défini sera transformé en pixel blanc, ou en noir dans le cas contraire.
4. **Histogramme de l'image seuillée** : après avoir seuillé l'image, on trace de nouveau un histogramme qui indique le nombre de pixels noirs et blancs dans l'image. Les pixels noirs sont attribués aux fibres tandis que les blancs sont relatifs au vide.
5. **Calcul du taux de remplissage** : connaissant donc tous ces éléments, le taux de remplissage du renfort noté  $T_{rs}$  est donné par :

$$T_{rs} = \frac{\text{Nombre de pixels noirs}}{\text{Nombre total de pixels}} \quad (3.6)$$

Finalement, la valeur retenue du taux de remplissage surfacique est la moyenne des vingt valeurs calculées. Les résultats du taux de remplissage surfacique sont répertoriés dans le tableau 3.6.

On remarque que les tissus à l'exception de la toile de lin sont plus remplis que les renforts unidirectionnels. Ceci est dû à la présence d'espaces séparant les nappes dans les renforts UD. Quant au tissu toile de lin, le faible taux de remplissage est lié à son armure spéciale que nous avons présentée précédemment et au fait que le tissu soit formé de fils rigides peu déformables. Remarquons également qu'en dehors du fait que les renforts tissus synthétiques présentent de très bons taux de remplissage surfaciques, le carbone a un excellent taux de remplissage approchant les 100%. Cela s'explique par un vide interstitiel quasi nul en raison d'un tissage très serré.

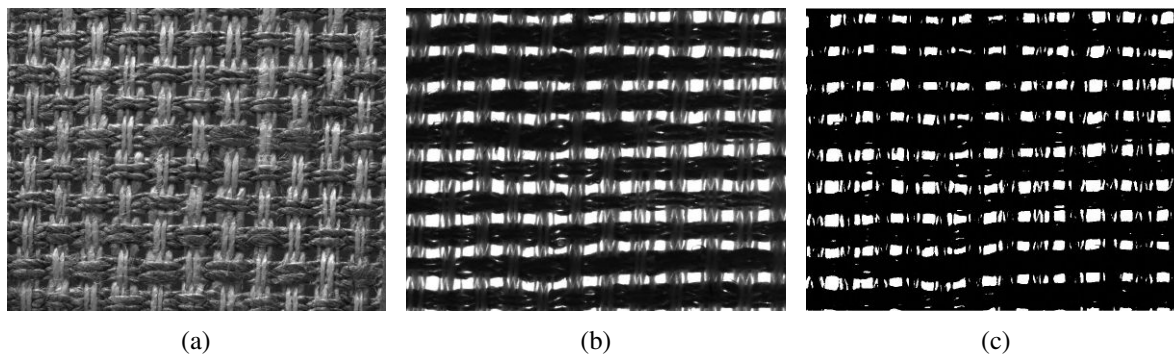


FIGURE 3.5 – Images illustrant la détermination du taux de remplissage surfacique (exemple du tissu toile de lin) : (a) image d'origine, (b) image rétro éclairée et (c) image seuillée

Renfort	Taux de remplissage surfacique (%)	Écart type
UD 175 g/m <sup>2</sup>	92,34	5,06
UD grille 200 g/m <sup>2</sup>	86,73	3,19
Quasi UD 200 g/m <sup>2</sup>	96,50	1,45
Toile 240 g/m <sup>2</sup>	83,76	1,96
Bi-axial 250 g/m <sup>2</sup>	93,87	2,50
Bi-axial 750 g/m <sup>2</sup>	97,55	0,55
Sergé 370 g/m <sup>2</sup>	98,61	0,54
Sergé 720 g/m <sup>2</sup>	95,09	1,86
Carbone sergé 189 g/m <sup>2</sup>	99,28	0,52
Verre sergé 400 g/m <sup>2</sup>	98,91	0,19
Verre satin 275 g/m <sup>2</sup>	94,48	1,25
Verre satin 560 g/m <sup>2</sup>	95,59	1,38

Tableau 3.6 – Taux de remplissage surfacique des différents renforts



### 3.2.3 Modèle de compaction

Nous avons réalisé quatre essais par empilement de renfort mais la courbe finale qui a été retenue pour les analyses est un ajustement des quatre courbes expérimentales suivant une loi puissance.

Dans le chapitre 1, nous avons présenté plusieurs modèles. Celui qui a été adopté dans ce travail pour décrire la réponse des renforts en compaction, qui est le plus répandu d'ailleurs, est le modèle de Toll et Manson. Pour rappel, cette loi s'écrit :

$$\sigma = a V_f^b \quad (3.7)$$

Les paramètres  $a$  et  $b$  sont des constantes empiriques tandis que  $\sigma$  est la contrainte de compaction et  $V_f$  le taux volumique de fibres.

Grâce à la méthode d'optimisation sans dérivée DFO (Derivate Free Optimisation) implémentée dans Matlab, nous avons obtenu les paramètres  $a$  et  $b$ .

Le coefficient de puissance  $b$  prend typiquement des valeurs comprises entre 3 et 10 et, ses valeurs sont dépendantes de l'architecture du renfort [152].

Comme observé dans la littérature, les paramètres  $a$  et  $b$  n'ont pas vraiment de signification physique. Il n'y a pas non plus de logique entre les valeurs de ces coefficients et les caractéristiques des tissus. Ceci a notamment été démontré dans la thèse de Cadinot [100]. Pour des renforts mats, elle a trouvé des valeurs de  $b$  situées entre 5 et 8 alors que pour des renforts plus ordonnés comme des UD ou des tissés de type satin, les valeurs de  $b$  vont de 9 à 14. Par ailleurs, la valeur de  $b$  peut significativement être affectée par la vitesse de compaction en raison du caractère viscoélastique des renforts en compression [152].

Suivant les renforts utilisés dans notre étude, pour les empilements à 8 plis, les valeurs du coefficient  $b$  varient de 3,4 à 9,5. En ce qui concerne la compaction monopli, les valeurs de ce coefficient sont comprises entre 4,9 à 8,4. Selon les renforts et le nombre de couches compactées, on pourra observer une différence relative entre les coefficients (voir tableau 3.7). Il est toutefois important de noter que les valeurs de  $a$  et  $b$  sont obtenues dans une configuration où la pression de compaction  $P$  est donnée en kPa tandis que le taux volumique de fibres  $V_f \in [0; 1]$ .

Le coefficient de corrélation entre le fittage et les résultats expérimentaux est également donné dans le même tableau pour chacun des renforts. Nous pouvons remarquer qu'il y a une forte corrélation entre les points expérimentaux et leur fittage, car globalement ces coefficients sont très proches de 1 aussi bien pour les séquences 1 pli que celles à 8 plis.

La figure 3.6 montre un exemple d'ajustement de courbes de compaction, courbes issues des quatre tests expérimentaux réalisés sur l'un des empilements. Cette logique d'ajustement a été bien sûr respectée pour chacun de nos renforts.

### 3.2.4 Précision de l'ajustement

Afin de déterminer la précision de notre ajustement, un intervalle de confiance (IC) à un niveau de confiance de 95% a été tracé (figure 3.7). Cet intervalle indique l'incertitude liée à l'estimation de l'évolution de la pression de compaction en fonction du taux volumique de fibres.

Cette démarche nous permet d'être sûrs à 95% que le fittage réel des courbes expérimentales se situe entre les bornes inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance. Ces bornes sont tracées en pointillé sur la figure et leurs formulations sont données par la relation 3.8. L'intervalle de confiance représente en d'autres termes le domaine de vérité du fittage.

$$P_i^{inf, sup} = P_i^{fit} \pm 1,96 \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (P_i^{fit} - P_i^{exp})^2}{n-2} \left[ \frac{1}{n} + \frac{V_{f,i}^{exp} - \bar{V}_{f,i}^{exp}}{\sum_i (V_{f,i}^{exp} - \bar{V}_{f,i}^{exp})^2} \right]} \quad (3.8)$$

<b>Renfort</b>	<b>cœf a</b>	<b>cœf b</b>	<b>cœf de corrélation</b>
Lin UD 175 g/m <sup>2</sup>	1,288.10 <sup>5</sup>	6,435	0,9983
Lin UD grille 200 g/m <sup>2</sup>	5176	3,441	0,8373
Lin quasi UD 200 g/m <sup>2</sup>	5,899.10 <sup>4</sup>	4,929	0,9959
Lin toile 240 g/m <sup>2</sup>	2,147.10 <sup>6</sup>	9,525	0,9767
Lin bi-axial 250 g/m <sup>2</sup>	3,220.10 <sup>4</sup>	5,043	0,9720
Lin bi-axial 750 g/m <sup>2</sup>	1382	3,970	0,7995
Lin sergé 370 g/m <sup>2</sup>	8,043.10 <sup>4</sup>	5,468	0,9946
Lin sergé 720 g/m <sup>2</sup>	7948	4,844	0,9757
Carbone 189 g/m <sup>2</sup>	1,187.10 <sup>4</sup>	9,007	0,9891
Verre sergé 400 g/m <sup>2</sup>	1749	5,149	0,9945
Verre satin 275 g/m <sup>2</sup>	2485	4,831	0,9927
Verre satin 560 g/m <sup>2</sup>	889,3	4,384	0,9312

(a) Compaction à 8 plis

<b>Renfort</b>	<b>Cœf a</b>	<b>Cœf b</b>	<b>Cœf de corrélation</b>
Lin UD 175 g/m <sup>2</sup>	2,142.10 <sup>5</sup>	4,869	0,9586
Lin UD grille 200 g/m <sup>2</sup>	4,396.10 <sup>5</sup>	5,069	0,9706
Lin quasi UD 200 g/m <sup>2</sup>	9,582.10 <sup>5</sup>	5,564	0,9789
Lin toile 240 g/m <sup>2</sup>	1,471.10 <sup>7</sup>	8,365	0,9859
Lin bi-axial 250 g/m <sup>2</sup>	1,778.10 <sup>6</sup>	5,869	0,9871
Lin bi-axial 750 g/m <sup>2</sup>	1,173.10 <sup>5</sup>	5,707	0,9501
Lin sergé 370 g/m <sup>2</sup>	9,691.10 <sup>5</sup>	6,345	0,9826
Lin sergé 720 g/m <sup>2</sup>	1,734.10 <sup>6</sup>	7,397	0,9774
Carbone 189 g/m <sup>2</sup>	5,237.10 <sup>4</sup>	5,540	0,9904
Verre sergé 400 g/m <sup>2</sup>	8,313.10 <sup>4</sup>	5,878	0,9914
Verre satin 275 g/m <sup>2</sup>	2,613.10 <sup>5</sup>	5,840	0,9890
Verre satin 560 g/m <sup>2</sup>	3,740.10 <sup>5</sup>	7,115	0,9921

(b) Compaction à 1 pli

Tableau 3.7 – Paramètres du modèle de compaction et coefficients de corrélation entre le fittage et l'expérimental

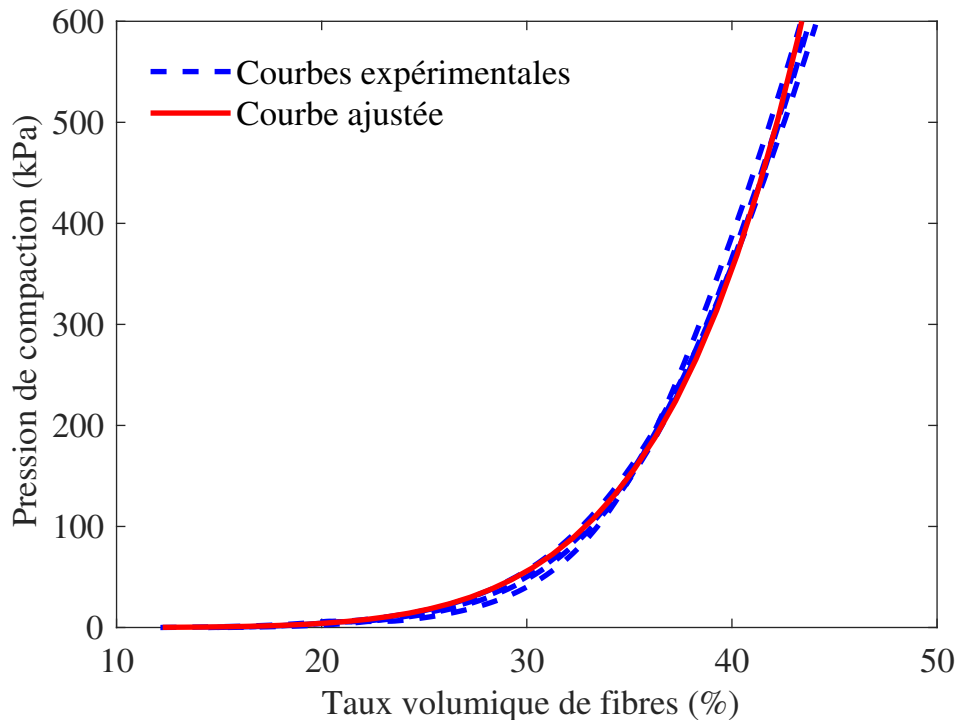


FIGURE 3.6 – Ajustement des courbes de compaction (exemple du renfort UD 175 g/m<sup>2</sup>)

où  $n$  est le nombre de points expérimentaux et : *inf* = inférieur, *sup* = supérieur, *fit* = fittée et *exp* = expérimental.

Pour l'ensemble des renforts, nous avons globalement observé un intervalle de confiance très restreint ; ce qui signifie que les résultats fittés présentent une très bonne précision.

### 3.2.5 Identification des phases de compaction

L'identification des phases de compaction passe par la détermination des plages de valeurs de pression ou de taux volumique de fibres correspondant respectivement aux différents mécanismes physiques qui ont lieu durant la compaction. L'idée est de pouvoir associer à chaque plage le mécanisme physique qui est la sienne.

Ainsi, pour pouvoir comparer les différents renforts entre eux suivant les trois régimes de compaction ou suivant leur capacité à se compacter, une méthode de comparaison basée sur le calcul de pentes a été mise en place. Cette méthode consiste à calculer la pente moyenne des deux parties linéaires de la courbe compaction (début et fin de compaction) sur une plage de 5 kPa sachant que le taux volumique de fibres varie théoriquement de 0 à 1 (figure 3.8). La pente moyenne calculée en début de compaction (pente initiale notée  $k_i$ ) est calculée entre  $P = 0$  kPa et  $P = 5$  kPa, et celle de fin de compaction (pente finale notée  $k_f$ ) est calculée entre  $P = 595$  kPa et  $P = 600$  kPa.

Précisément, ces deux valeurs de pente sont données par :

— Début de compaction (régime linéaire) :

$$k_i = \overline{\left( \frac{dP}{dV_f} \right)}_{P \in [0;5]} \quad (3.9)$$

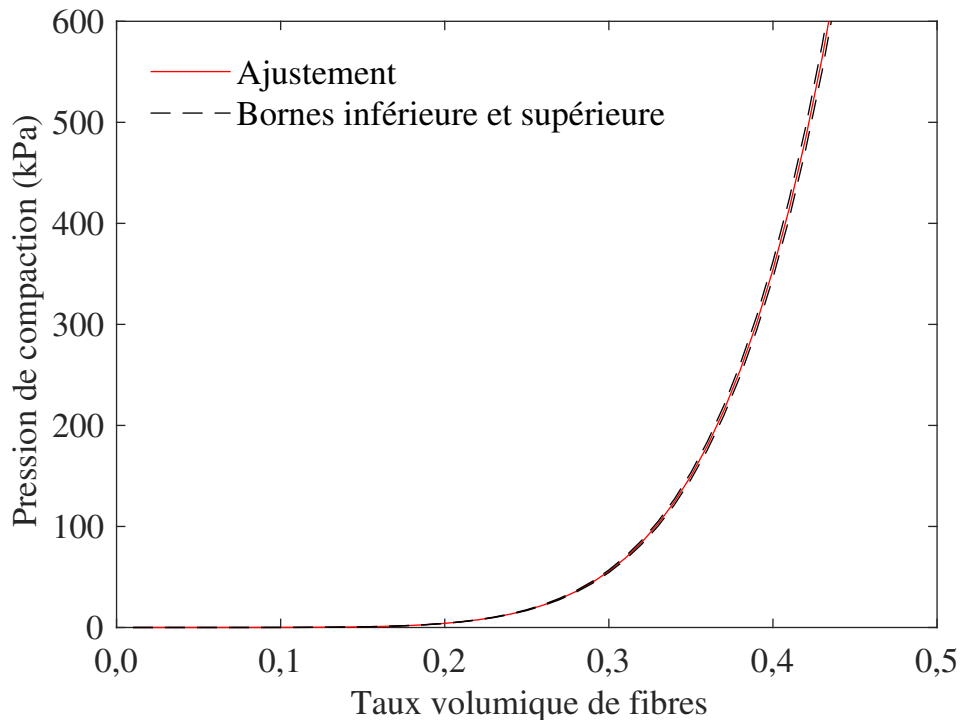


FIGURE 3.7 – Précision de l’ajustement : intervalle de confiance (exemple du renfort UD 175 g/m<sup>2</sup>)

— Fin de compaction (régime linéaire) :

$$k_f = \overline{\left( \frac{dP}{dV_f} \right)}_{P \in [595; 600]} \quad (3.10)$$

Soient :

- $P_i$  l’ordonnée du point d’intersection de la courbe de compaction  $P = P(V_f)$  avec la droite de pente  $k_i$ ;
- $P_f$  l’ordonnée du point d’intersection de la courbe de compaction avec la droite de pente  $k_f$ .

Alors, le critère qui a été défini pour identifier les phénomènes physiques liés aux trois régimes de compaction est le suivant (figure 3.9) :

- lorsque  $P < P_i$ , nous sommes en régime 1 caractérisé par la fermeture des espaces entre les plis et redressement des mèches ;
- lorsque  $P_i < P < P_f$ , le renfort empilé est en régime 2 de compaction qui est attribué au glissement des plis entre eux et à l’imbrication des mèches entre elles. Ce phénomène physique est aussi appelé le nesting ;
- enfin lorsque  $P > P_f$ , place au régime 3. Ce régime est marqué par la compression des mèches et des fibres.

Cette technique nous a permis de dégager les plages de  $V_f$  correspondant aux différents phénomènes physiques ayant lieu durant la compaction.

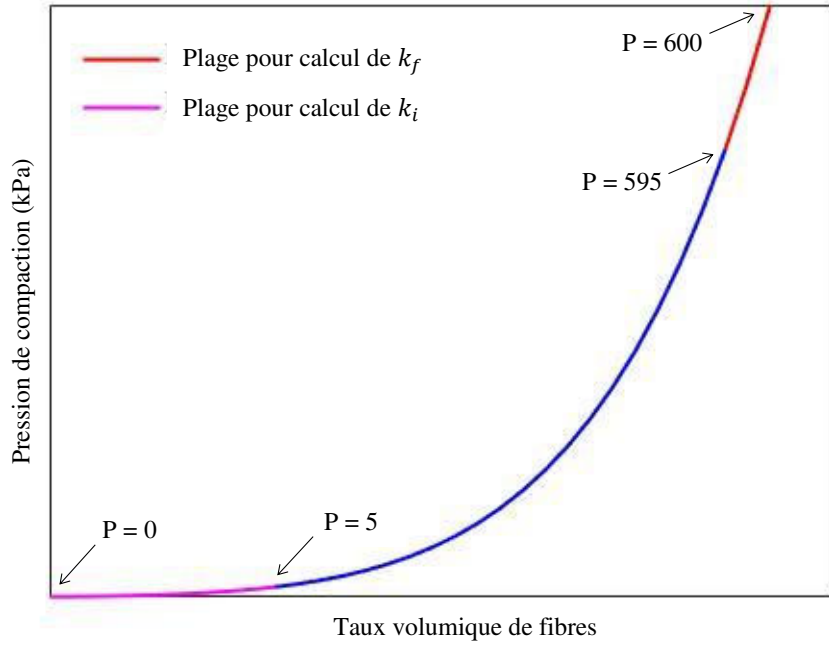


FIGURE 3.8 – Calcul des différentes pentes

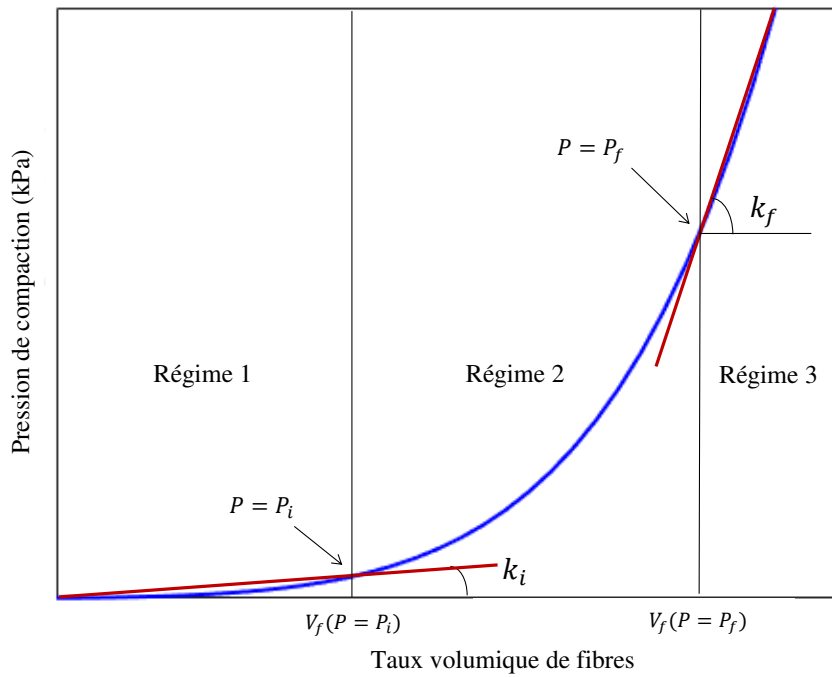


FIGURE 3.9 – Critère d'identification des phases de compaction

### 3.2.6 Résultats des essais

Pour des raisons de cohérence et de clarté, nous allons présenter et analyser les résultats par similitude; c'est-à-dire comparer les renforts qui se ressemblent entre eux. Ces renforts possèdent plusieurs points de ressemblance mais présentent des divergences sur un paramètre donné; c'est l'effet de ce paramètre sur leur comportement en compaction que nous allons étudier. Ainsi, les influences du grammage, du type de fibres et du nombre de pli sur le comportement seront notamment abordées. Une comparaison entre un renfort UD et un bi-axial sera également faite.

Il est important de noter que toutes les discussions portent sur des séquences d'empilement à 8 plis de renfort, sauf pour l'analyse réservée à l'influence du nombre de plis sur la compactibilité où on parlera aussi de la compaction d'un seul pli.

#### 3.2.6.1 Influence du nombre de plis

L'effet du nombre de plis sur la compaction est montré sur les figures 3.11 et 3.12. Nous avons compacté tous les renforts présentés dans le chapitre 2. Le but est de savoir si la tendance qu'on observera se répétera sur l'ensemble des renforts ou non. Nous avons remarqué que les séquences à huit plis étaient plus compactables que les séquences à un seul pli, même si le comportement global reste le même (non linéaire). Ceci est vrai pour tous les types de renfort (lin, verre et carbone) (voir les valeurs des  $V_f$  dans les tableaux 3.8 et 3.9).

Renfort	$V_f$ à P = 1 bar (%)		Gain (%)
	1 pli	8 plis	
UD 175 g/m <sup>2</sup>	20,72	32,88	58,68
UD grille 200 g/m <sup>2</sup>	19,10	35,63	86,54
Quasi UD 200 g/m <sup>2</sup>	19,25	27,44	42,54
Toile 240 g/m <sup>2</sup>	24,12	35	45,11
Bi-axial 250 g/m <sup>2</sup>	18,85	31,84	68,91
Bi-axial 750 g/m <sup>2</sup>	29	51,6	77,93
Sergé 370 g/m <sup>2</sup>	23,54	29,4	24,89
Sergé 720 g/m <sup>2</sup>	26,73	40,51	51,55

Tableau 3.8 – Influence du nombre de plis : tableau des valeurs de  $V_f$ , pour les renforts lin

Renfort	$V_f$ à P = 1 bar (%)		Gain (%)
	1 pli	8 plis	
Carbone sergé 189 g/m <sup>2</sup>	30,66	58,85	91,94
Verre sergé 400 g/m <sup>2</sup>	31,95	57,37	79,56
Verre satin 275 g/m <sup>2</sup>	26,01	51,43	97,73
Verre satin 560 g/m <sup>2</sup>	31,34	60,75	93,84

Tableau 3.9 – Influence du nombre de plis : tableau des valeurs de  $V_f$ , pour les renforts synthétiques

Si pour une même pression, le taux volumique de fibres de l'empilement à huit plis est plus élevé que celui d'un seul pli, cela veut dire que l'empilement à huit plis témoigne d'une certaine souplesse durant la compaction.

L'écart de comportement entre les deux systèmes d'empilement s'explique principalement par le mécanisme du nesting qui est plus accru dans un empilement multi-couches que dans un pli seul, en

raison des *monts* et *vallées* présents dans les couches adjacentes. En effet, ce nesting est créé par le mouvement de rencontre entre les parties hautes (monts) et basses (vallées) des plis adjacents. Cette rencontre entre les plis permet de supprimer les espaces vides qui existent entre eux. Le nesting, ajouté à la réorganisation de fibres au sein de chaque couche, permet de réduire au maximum le vide contenu dans l'empilement.

Chen et al. [153] propose un schéma (figure 3.10) qui illustre mieux ce qui se passe lors de la compaction d'un empilement de plusieurs couches de renfort sec. Il décrit, à différents degrés de compaction (y compris l'état non comprimé), le déroulement du nesting entre les couches d'un empilement de tissus bidirectionnels à armure toile.

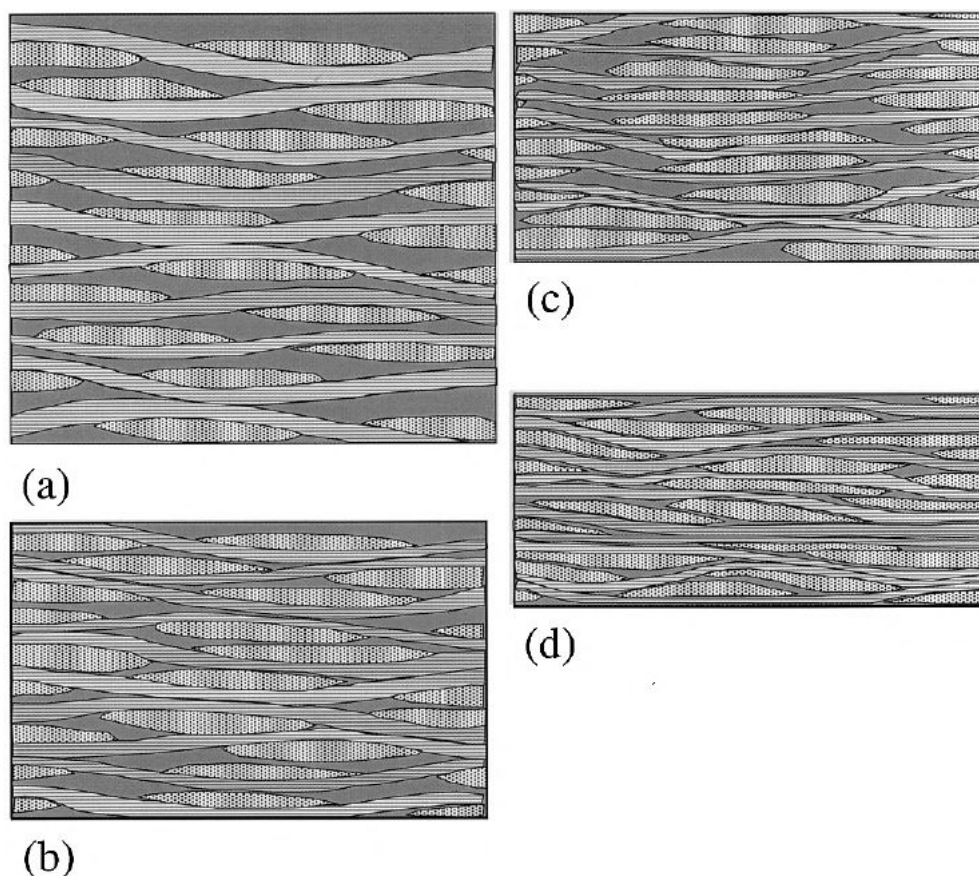
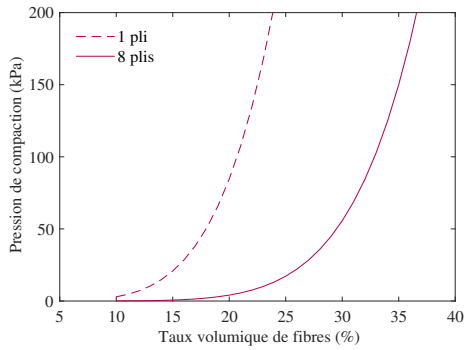


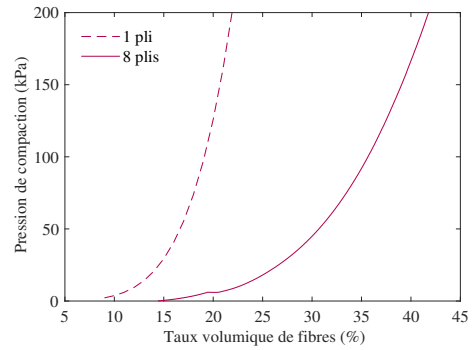
FIGURE 3.10 – Section d'un empilement de tissus 2D à divers degrés de compaction : (a)  $V_f = 29\%$  (état non comprimé), (b)  $V_f = 38\%$ , (c)  $V_f = 46\%$  et (d)  $V_f = 62\%$  [153]

On peut observer que suivant la pression exercée, les sections transversales des mèches se déforiment et s'aplatissent. Ceci a un impact direct sur l'ondulation des mèches qui décroît naturellement avec leur redressement sous l'effet de la pression. On voit au même moment un glissement des mèches des couches adjacentes (dont les sections transversales sont visibles) les unes sur les autres, de façon à ce que les espaces vides entre elles soient remplis autant que possible. Au bout d'un moment, on peut remarquer que le glissement des mèches ainsi que leur déformation atteignent leur paroxysme (les mèches deviennent quasi statiques) et c'est à partir de cet instant que les fibres commencent à se compacter.

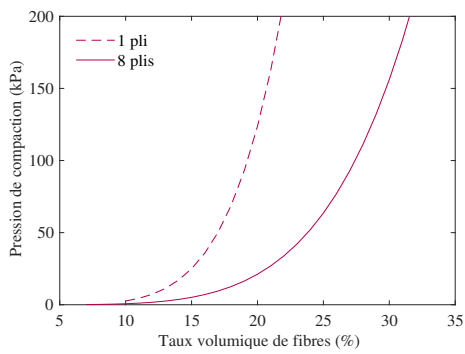
En guise de conclusion, on pourra dire que plus on ajoute de couches plus la compressibilité va augmenter. Parce que l'ajout de couches signifie augmentation de possibilité de déplacement inter-couches et donc augmentation du nesting. Ce glissement fluide entre les plis réduit la rigidité de la séquence et par conséquent la rend plus compactable.



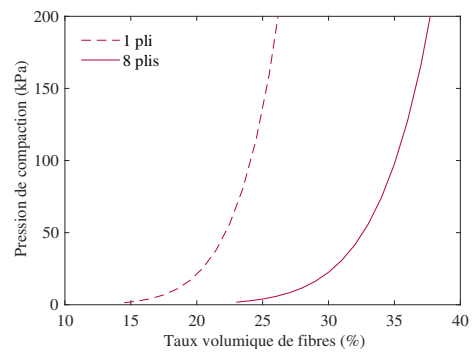
(a) Lin UD 175 g/m<sup>2</sup>



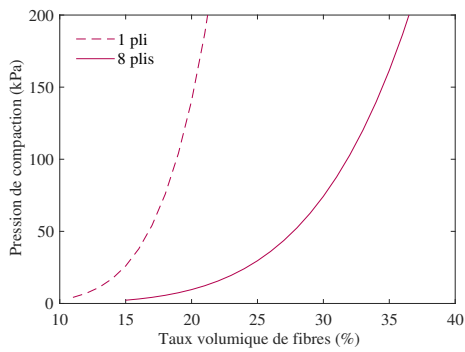
(b) Lin UD grille 200 g/m<sup>2</sup>



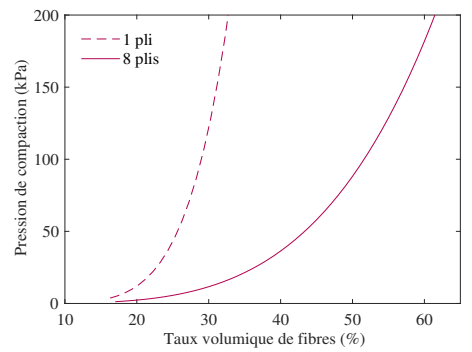
(c) Lin quasi UD 200 g/m<sup>2</sup>



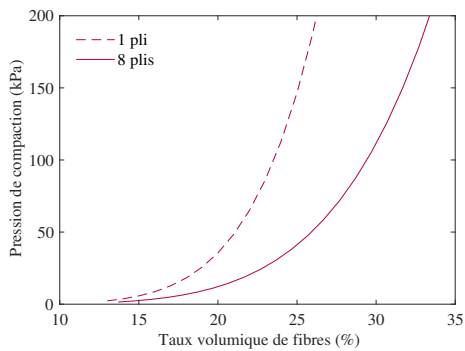
(d) Lin toile 240 g/m<sup>2</sup>



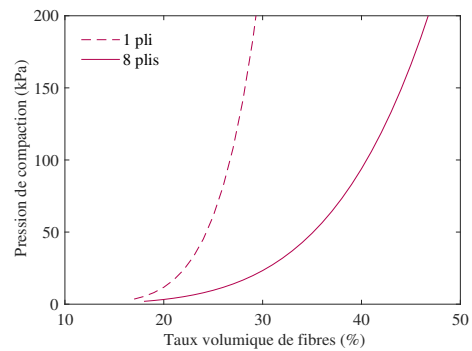
(e) Lin bi-axial 250 g/m<sup>2</sup>



(f) Lin bi-axial 750 g/m<sup>2</sup>



(g) Lin sergé 370 g/m<sup>2</sup>



(h) Lin sergé 720 g/m<sup>2</sup>

FIGURE 3.11 – Influence du nombre de plis : renforts naturels (lin)



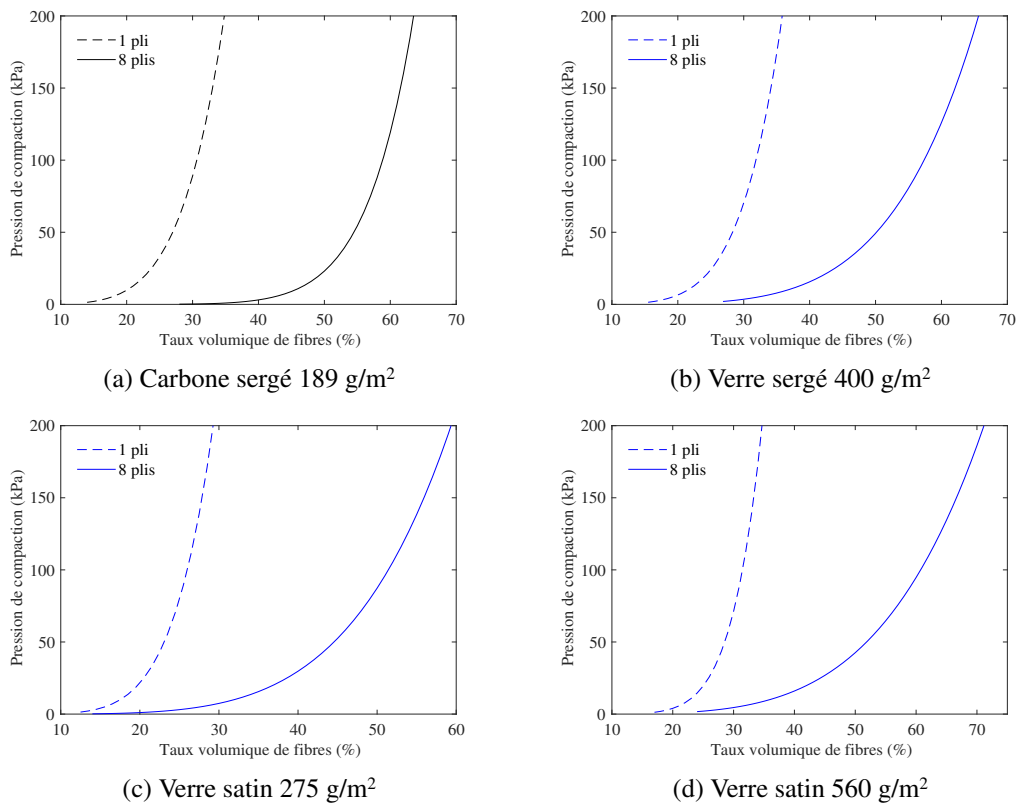


FIGURE 3.12 – Influence du nombre de plis : renforts synthétiques (carbone et verre)

### 3.2.6.2 Comparaison UD/bi-axial

Afin d'étudier la différence entre un renfort UD et un renfort bi-axial vis-à-vis de leur comportement en compaction, deux renforts de lin ayant des grammages proches ont été testés. Il s'agit du bi-axial 250 g/m<sup>2</sup> et du renfort UD grille 200 g/m<sup>2</sup>.

La figure 3.13 présente le résultat de ces essais. Mais, avant d'en discuter, faisons une analyse générale de la courbe de compaction.

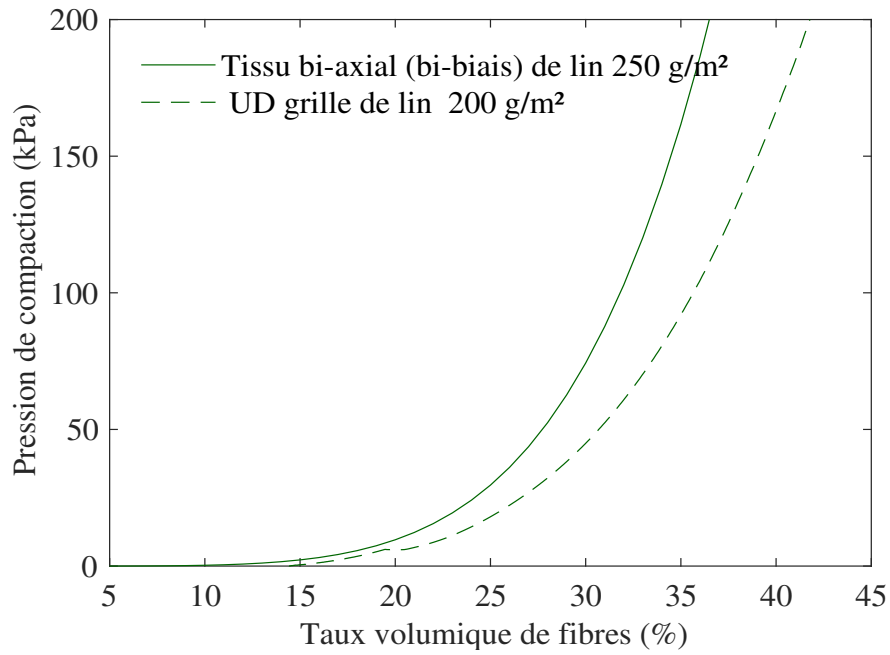
Le comportement affiché par chacun des deux renforts est à l'image du comportement typique d'un renfort fibreux sollicité en compaction, indépendamment de tous les facteurs d'influence que nous allons étudier. En effet, le comportement global est non linéaire avec une augmentation rapide de la pression de compaction en fonction de la fraction volumique de fibres.

Ce comportement expérimental confirme les observations que nous avons faites dans la littérature et que nous avons exposées dans le chapitre 1. Les courbes sont composées de trois zones différentes : (1) linéaire, (2) non linéaire et (3) linéaire [110].

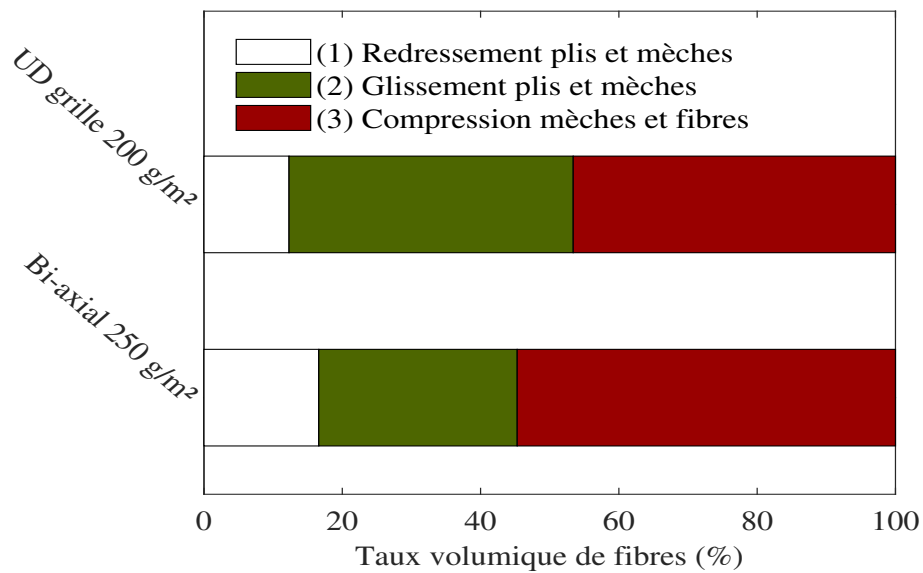
(1) En début d'essai, lorsque les efforts appliqués sont faibles, l'épaisseur du renfort diminue essentiellement dû à la fermeture des pores entre les fibres et à la désondulation (redressement) des fibres ou des mèches.

(2) Plus les efforts sont importants, plus le contact entre les fibres est marqué et le frottement entre fibres commence à s'opposer à la compaction. La résistance à la compression du renfort augmente alors de façon exponentielle avec la pression.

(3) À partir d'un certain effort, quand les vides entre fibres sont suffisamment petits et quand le glissement de fibres atteint sa limite, les fibres sont elles-mêmes comprimées. Les efforts s'élèvent rapidement en fonction du taux volumique.



(a) Courbes  $P - V_f$



(b) Phases de compaction

FIGURE 3.13 – Comparaison lin UD grille / lin bi-biais

Par rapport au renfort unidirectionnel, on observe qu'à pression de compaction égale, le renfort bi-axial présente des taux volumiques de fibres plus élevés. Le renfort unidirectionnel est donc plus compactable que le bi-axial. Même si cette remarque est vraie quelle que soit la pression de compaction, nous allons prendre  $P_o = 1 \text{ bar}$  comme pression de référence, soit 100 kPa. Cette valeur correspond quasiment à celle de la dépression utilisée en infusion (voir chapitre 2) pour mettre sous compaction les préformes (-0.95 bar). Le tableau 3.10 donne les valeurs du taux volumique de fibres à 1 bar pour les deux renforts ainsi que leur taux de remplissage surfacique.

	Renfort bi-axial 250 g/m <sup>2</sup>	Renfort UD grille 200 g/m <sup>2</sup>	Gain (%)
$V_f$ à P = 1 bar (%)	31,84	35,63	11,90
$T_{rs}$ (%)	93,87	86,73	-

Tableau 3.10 – Comparaison UD / bi-axial : tableau des valeurs de  $V_f$

À priori, lorsqu'on regarde le taux de remplissage surfacique des deux renforts, on pourrait imaginer que le renfort bi-axial qui possède un taux de remplissage plus grand que celui du renfort UD serait plus compactable que ce dernier (parce qu'un taux de remplissage élevé signifie que le renfort est moins poreux). Mais ce résultat montre que ce n'est pas forcément le cas. Ce qui compte dans la réduction de la porosité du renfort n'est pas uniquement le taux de fibres de départ mais aussi la capacité du renfort à se déformer afin de remplir les espaces interstitiels lors de la mise sous compaction, pour faire augmenter le taux de fibres final.

La valeur plus élevée du taux volumique de fibres du renfort UD s'explique par le fait que le phénomène de *nesting* se déroule plus facilement dans les renforts UD que les multi-axiaux. Comme nous l'avons déjà vu, le *nesting* contribue grandement à la réduction de l'épaisseur du renfort ou de l'empilement durant la compaction. La figure 3.13b explique parfaitement ce résultat. En l'analysant, nous pouvons voir que pour le renfort UD, comparativement au renfort bi-axial, les plis et les mèches se redressent plus vite et le *nesting* apparaît plus rapidement. Cette apparition rapide du *nesting* témoigne de la bonne capacité du renfort unidirectionnel à se déformer en vue de faciliter le compactage. On remarquera aussi que non seulement ce phénomène de glissement de plis survient plus vite mais aussi il se déroule plus longuement par rapport au renfort bi-axial (étendue de 41,1% de fibres contre 23,6%). Ceci montre que les plis et les mèches arrivent suffisamment à glisser les uns par rapport aux autres et à s'entremêler. Ce qui favorisera le remplissage des espaces vides. À la suite de ce glissement, les fibres se compriment pour achever le processus de réduction des porosités contenues dans l'empilement.

Dans les UD, les fibres suivent une seule direction et sont parallèles non seulement entre elles au sein du même pli mais aussi parallèles aux fibres des plis voisins de l'empilement. Ces fibres peuvent donc, durant la compaction faire déplacer d'autres fibres voisines pour remplir les vides ou les espaces creux, et créer ainsi une structure compacte. Par contre, dans les renforts multi-axiaux les vides laissés par l'entrecroisement des mèches ou fils sont difficiles à remplir par les fibres des couches voisines qui comportent elles-mêmes des espaces inter-mèches. Le compactage entre des plis où les fibres sont toutes orientées dans la même direction est plus facile qu'entre des plis avec différentes orientations des mèches ou des fibres. Le renfort bi-axial est formé de deux nappes croisées entre elles, orientées à 45° l'une par rapport à l'autre et cousues par un fil. Le croisement de ces nappes crée des trous dans le renfort qui se révèlent difficiles à remplir (figure 3.14b).

### 3.2.6.3 Influence du grammage

Dans le but d'étudier l'influence du grammage du renfort sur son comportement en compaction, nous avons effectué des essais sur trois groupes de renforts. Le premier groupe est constitué de deux renforts unidirectionnels de grammages respectifs 175 g/m<sup>2</sup> et 200 g/m<sup>2</sup> (figure 3.15), le second groupe de deux

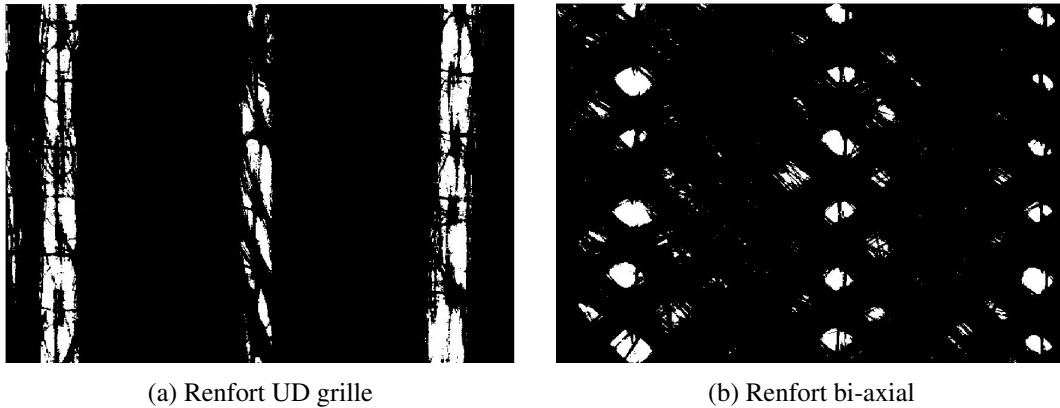


FIGURE 3.14 – Images illustrant les espaces interstitiels dans les renforts

renforts de lin bi-axiaux de grammages 250 g/m<sup>2</sup> et 750 g/m<sup>2</sup> (figure 3.16) et enfin la troisième catégorie regroupe deux tissus de verre satin dont les grammages sont de 275 g/m<sup>2</sup> et 560 g/m<sup>2</sup> respectivement (figure 3.17). Les huit couches de chaque empilement sont orientées de la même façon et superposées de telle manière que le parallélisme des mèches dans chaque direction (trame et chaîne pour les tissus) soit conservé.

Pour chacune de ces catégories, nous avons remarqué que les renforts à forte densité surfacique sont plus compactables que ceux dont la densité est moins importante (tableau 3.11).

	<b>UD 175 g/m<sup>2</sup></b>	<b>UD grille 200 g/m<sup>2</sup></b>	<b>Gain (%)</b>
$V_f$ à P = 1 bar (%)	32,88	35,63	8,36

	<b>Tissu bi-axial 250 g/m<sup>2</sup></b>	<b>Tissu bi-axial 750 g/m<sup>2</sup></b>	<b>Gain (%)</b>
$V_f$ à P = 1 bar (%)	31,84	51,6	62,06

	<b>Satin de verre 275 g/m<sup>2</sup></b>	<b>Satin de verre 560 g/m<sup>2</sup></b>	<b>Gain (%)</b>
$V_f$ à P = 1 bar (%)	51,43	60,75	18,12

Tableau 3.11 – Influence du grammage : tableau des valeurs de  $V_f$  pour les 3 groupes de renfort

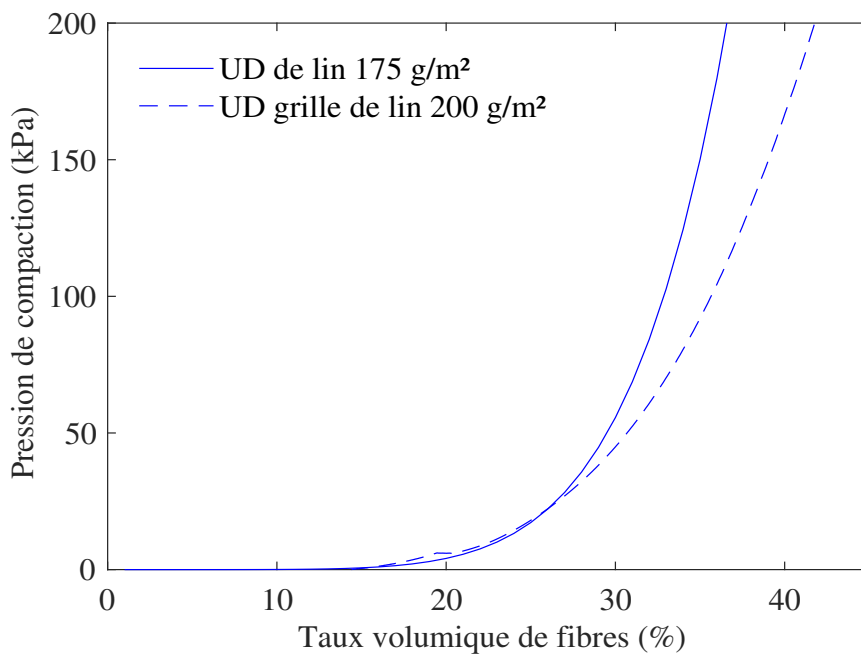
La différence de comportement entre deux empilements de renforts de grammage différent réside au niveau du nombre de points de contact ou de la grandeur de la surface de contact entre les différentes couches. En effet, l'empilement dont les plis ont un grammage élevé, en raison du poids du renfort ou du poids de chaque pli, présente un grand nombre de points de contact entre les couches. À l'état initial, c'est-à-dire avant la mise sous contrainte, cet empilement possédait déjà une structure plus ou moins compacte; ceci s'explique par un volume réduit des espaces vides entre les couches à l'échelle de l'empilement, et d'un tissage serré (espaces réduits entre mèches de trame et chaîne pour les tissus, et entre fibres pour les UD) à l'échelle du pli.

Lorsque l'empilement est mis sous contrainte, le contact entre les fibres est accentué par l'augmentation de l'effort de compaction. Le frottement entre les mèches commence donc à s'opposer à la compaction et engendre un glissement des mèches autour des espaces interstitiels.

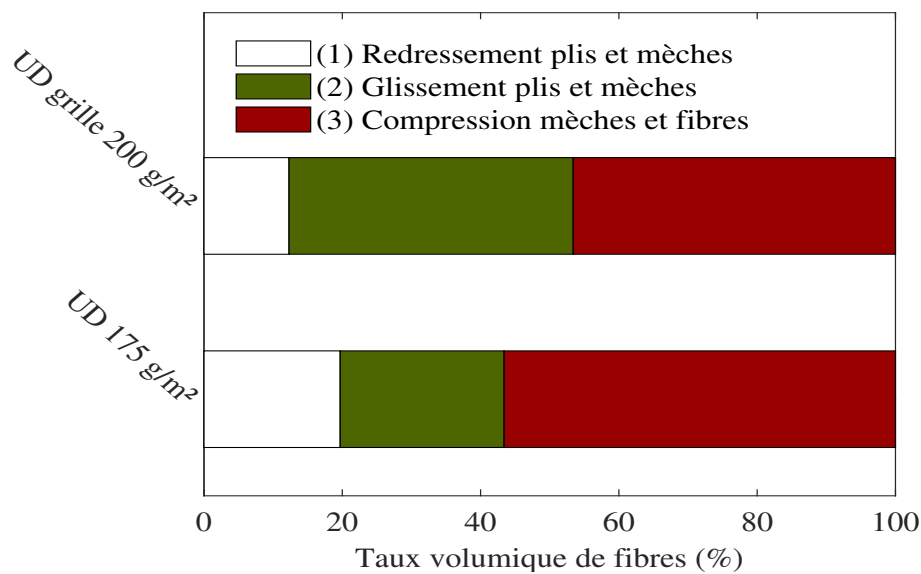
On pourra d'ailleurs remarquer d'après les figures 3.15b, 3.16b, 3.17b que la plage de nesting est plus importante pour les empilements de plus grands grammages que ceux de faibles grammages même si suivant les trois catégories de renfort ce mécanisme est plus ou moins retardé ou précoce. En réalité, un grammage élevé implique une taille de mèche plus importante et plus la taille des mèches est importante

plus il y a de possibilité de mouvement au sein des mèches. Le renfort de grammage supérieur commence donc à se déformer principalement par réduction des espaces vides. Une fois que ces espaces vides se sont suffisamment réduits, les mèches se compriment elles-mêmes avec l'évolution de la contrainte et la fraction volumique de fibres augmentent considérablement.

Nous pouvons donc conclure que l'empilement à plus forte densité surfacique, sous l'action de la contrainte, se déforme plus que celui à faible densité. Cette déformation, affectant premièrement les espaces vides et ensuite les fibres, contribue à l'obtention d'une structure plus compacte.

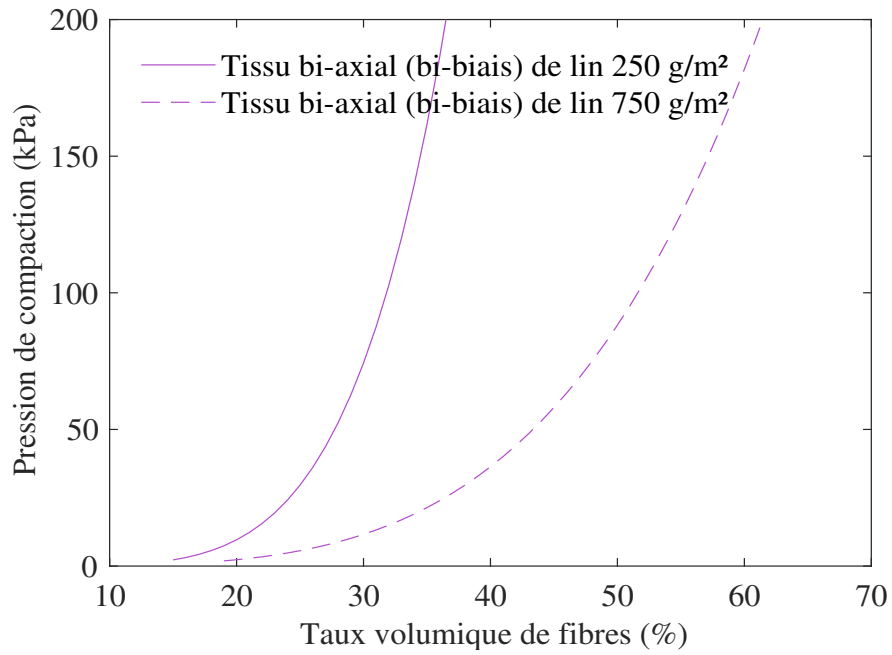


(a) Courbes  $P - V_f$

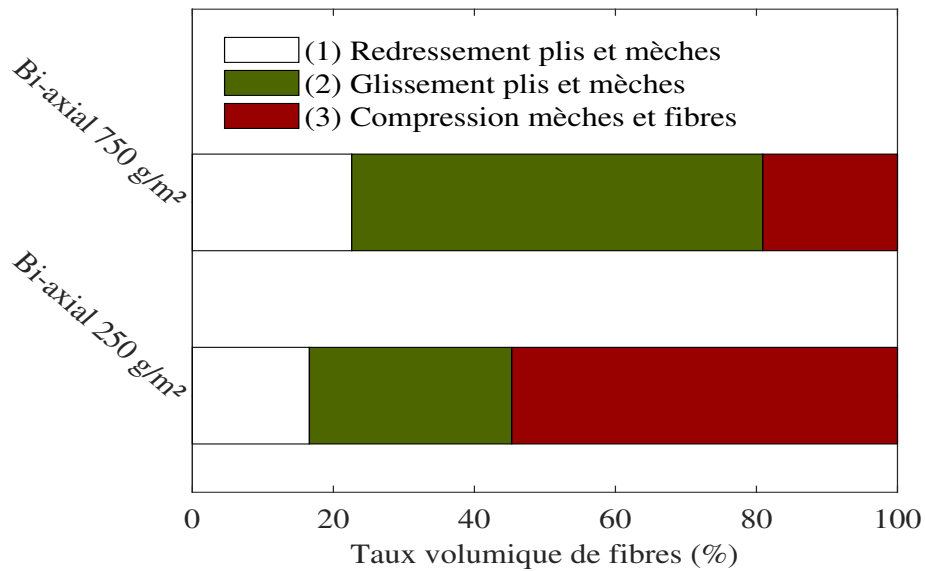


(b) Phases de compaction

FIGURE 3.15 – Influence du grammage : comparaison UD de lin/UD grille de lin

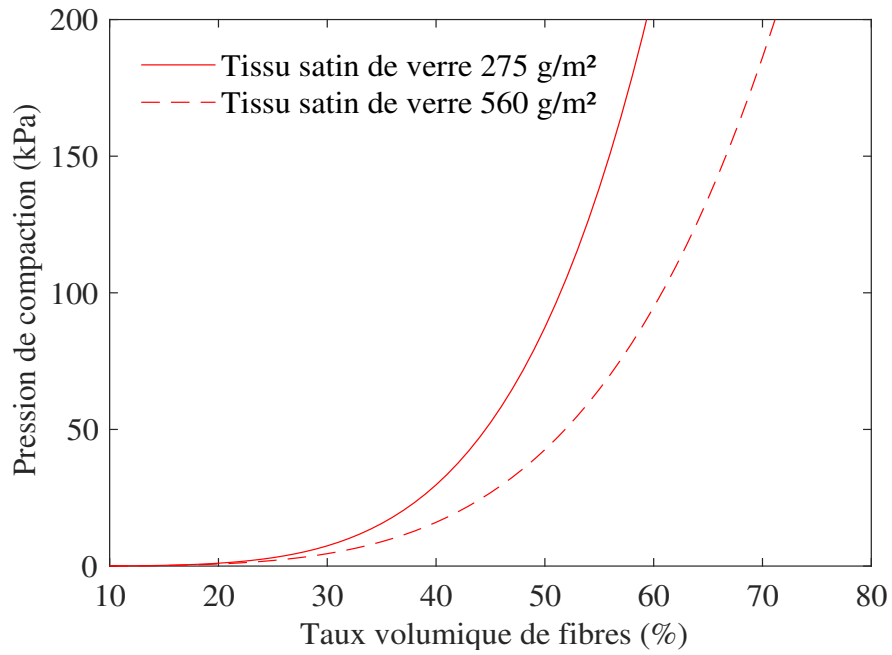


(a) Courbes  $P - V_f$

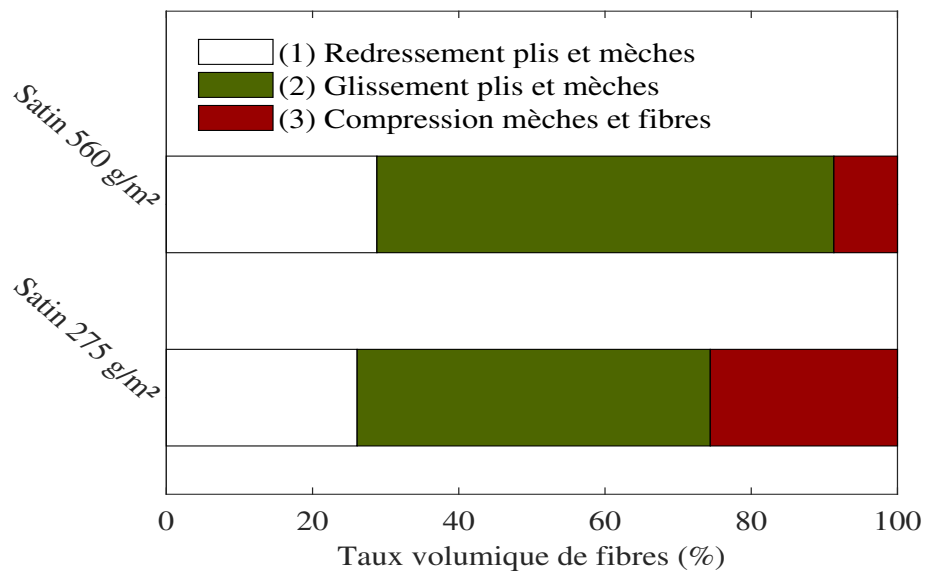


(b) Phases de compaction

FIGURE 3.16 – Influence du grammage : comparaison des deux renforts bi-axiaux



(a) Courbes  $P - V_f$



(b) Phases de compaction

FIGURE 3.17 – Influence du grammage : comparaison des deux tissus satins de verre

### 3.2.6.4 Influence du type de mèches

La rigidité de flexion des renforts joue un rôle important dans leur comportement lors du procédé de mise en œuvre en impactant notamment la formation de plis.

Les tissus de lin toile et bi-axial de grammages respectifs 240 g/m<sup>2</sup> et 250 g/m<sup>2</sup> ont été testés pour étudier l'effet du type de mèches sur le comportement (figure 3.18). Le premier est fait de mèches de fibres alors que le second est constitué de mèches de fils. Même si le mode de tissage n'est pas tout à fait le même, ces deux renforts sont analysés comme appartenant à la classe des tissus.

La compression des renforts tissés est essentiellement dominée par l'action combinée de la flexion des fibres, du réarrangement intra-mèches (glissement des fibres dans les mèches) et de l'imbrication des mèches des plis adjacents (glissement inter-mèches). Le réarrangement de la structure interne des mèches est caractérisée par un aplatissement (écrasement) des fils ou des fibres.

Normalement, pour que les fibres puissent être écrasées il faut que l'effort de compaction arrive à surmonter la résistance de frottement développée par les fibres. Mais, les fils constituant les mèches du tissu toile sont plus rigides que les fibres unitaires présentes au sein des mèches du tissu bi-axial. Cette rigidité trop importante des fils occasionne une forte résistance du tissu à l'effort de compaction. Ce rapport de force entre effort de compaction et résistance de frottement compromet donc la déformation du tissu. Or une pauvre déformabilité du tissu implique un mauvais compactage en raison d'un remplissage des porosités intra et inter-mèches insuffisant.

En analysant la courbe, on observe deux tendances : de 0 à environ 300 kPa,  $V_{f, bi-axial} < V_{f, toile}$  et au-delà 300 kPa,  $V_{f, bi-axial} > V_{f, toile}$ . Le tableau 3.12 indique les valeurs des taux volumiques de fibres à 100 kPa et 600 kPa des deux empilements. Dans cette section, nous avons poussé les investigations plus loin en termes de pression vu le comportement particulier du tissu toile de lin (comportement non linéaire très rigidifié).

	Tissu bi-axial 250 g/m <sup>2</sup>	Tissu toile 240 g/m <sup>2</sup>	Gain (%)
$V_f$ à P = 1 bar (%)	31,84	35	9,92
$V_f$ à P = 6 bars (%)	45,4	42,32	-6,78
Différence (%)	42,58	20,91	-

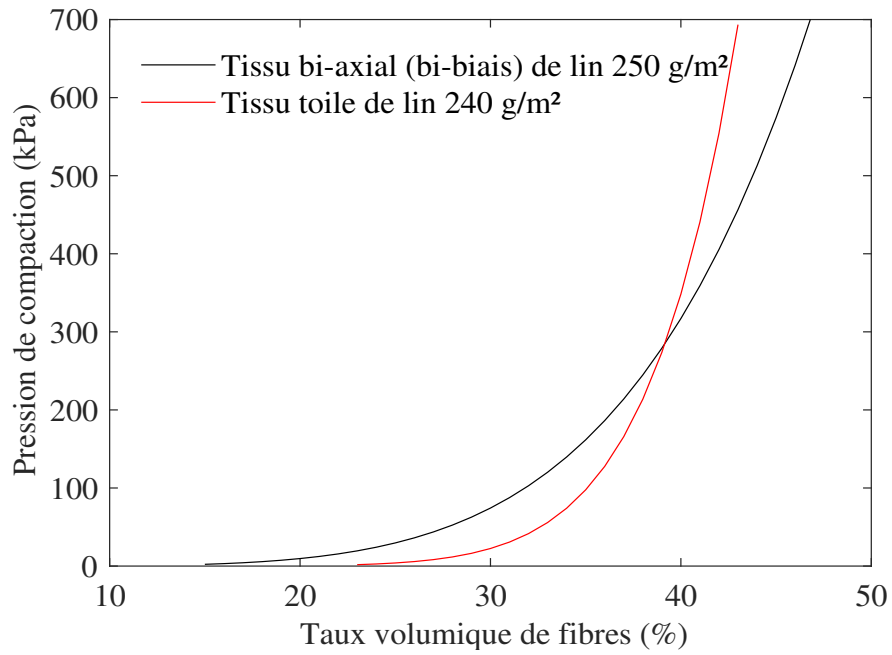
Tableau 3.12 – Influence du type de fibres : tableau des valeurs de  $V_f$

Le résultat de la première tendance est lié à la prédominance du régime 1 pour le tissu toile compte tenu de sa configuration géométrique particulière (architecture présentée dans le chapitre 2). En effet, de 0 à 300 kPa, comme on peut le remarquer sur la figure 3.18a, le taux volumique de fibres évolue de 0 à 40%. Si nous nous rapportons ensuite à la figure 3.18b, on pourra constater que sur cette plage de  $V_f$ , le mécanisme de redressement de plis suivi d'un aplatissement de l'empilement, correspondant au premier régime de compaction est prépondérant pour le tissu de lin toile.

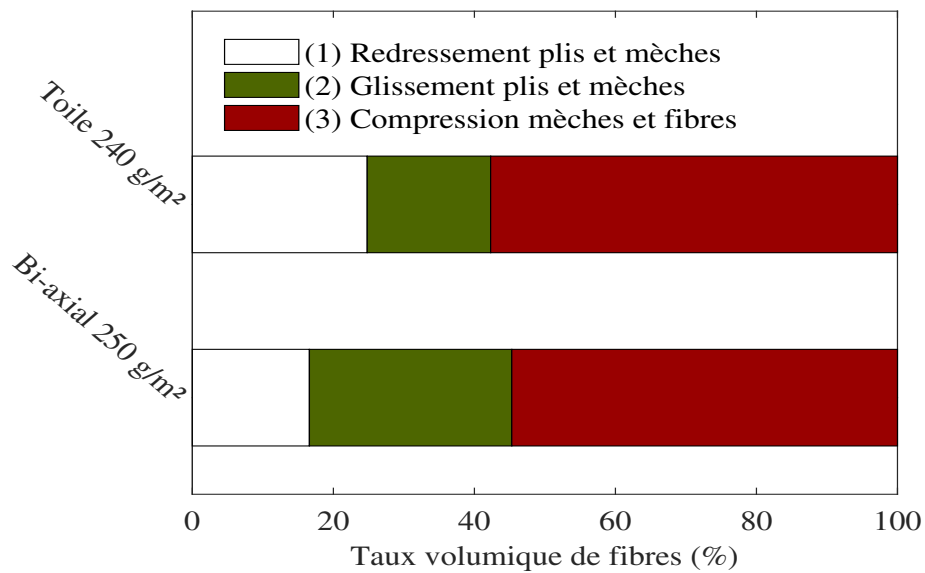
À partir d'une certaine pression (quasiment 300 kPa), le taux volumique de fibres du tissu toile passe en-dessous de celui du tissu bi-axial. À ce stade de la compaction, le mécanisme qui domine est la compression des mèches (par déformation de flexion). Les mèches du tissu toile formées de fils rigides ont du mal à se déformer alors que les mèches du tissu bi-axial constituées uniquement de fibres (moins rigides que le fil) continuent à se déformer et donc à combler les espaces vides pour au final donner lieu à une structure compacte avec un taux de fibres élevé.

On retiendra donc qu'un renfort de type fil, à cause d'une rigidité de flexion élevée, est moins compactable qu'un renfort fait uniquement de fibres.





(a) Courbes  $P - V_f$



(b) Phases de compaction

FIGURE 3.18 – Influence du type de mèches

### 3.2.6.5 Influence de la nature des fibres

Par le terme « nature de fibre », nous voulons exprimer la différence entre renfort à fibres synthétiques et renfort à fibres naturelles.

Ainsi, pour analyser l'influence de ce paramètre sur la réaction en compaction des renforts, nous avons mené des essais sur un tissu de verre sergé de 400 g/m<sup>2</sup> de grammage mis en comparaison avec un tissu de lin sergé de grammage 370 g/m<sup>2</sup>.

Ces deux renforts ont quasiment un même grammage et possèdent une même architecture. Pourtant, nous notons un grand écart entre les taux de fibres obtenus quelque soit la pression de compaction. Ce résultat est en adéquation avec quelques travaux de la littérature [154, 155] où il a été montré qu'un renfort synthétique se compacte mieux qu'un renfort naturel. Les valeurs à 1 bar sont donnés dans le tableau 3.13. On remarque aussi en analysant les deux courbes que plus l'effort de compaction augmente plus l'écart entre elles s'agrandit.

	Lin sergé 370 g/m <sup>2</sup>	Verre sergé 400 g/m <sup>2</sup>	Gain (%)
$V_f$ à P = 1 bar (%)	29,4	57,37	95,13

Tableau 3.13 – Influence de la nature des fibres : tableau des valeurs de  $V_f$

Plusieurs facteurs d'ordres structural et géométrique expliquent pourquoi un renfort synthétique est plus compactable qu'un renfort naturel. Ces facteurs sont la forme de la section transversale, l'orientation des fibres et le degré de séparation des fibres [156].

La forme de la section transversale d'une fibre synthétique est différente de celle d'une fibre naturelle. Tandis que les fibres naturelles ont une section circulaire ou sous forme de polygone irrégulier, les fibres synthétiques sont lenticulaires (ayant la forme d'une lentille (concave ou convexe)) en termes de section. Cette forme lenticulaire de la section des fibres des tissus synthétiques permettrait un fort compactage inter-mèches par rapport aux mèches des tissus naturels. Les paquets de fibres synthétiques jouissent d'un bon alignement et tassement à l'état initial, aspect qui contribue à une meilleure compression. La forme particulière de la section transversale des fibres de verre leur assurerait une bonne insertion les unes dans les autres sans obstacle majeur.

Le second facteur qui influe sur la moins bonne compaction des renforts naturels est la désorientation des fibres. Cette désorientation est causée par la torsion et la pilosité.

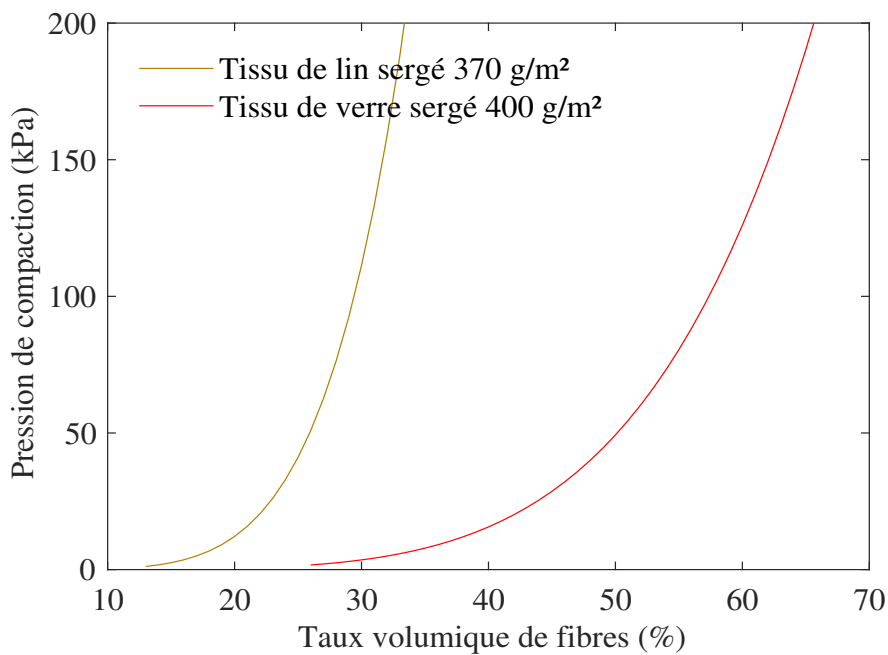
L'alignement des fibres affecte certainement la compactibilité des renforts. En termes d'orientation, les fibres sont clairement plus ordonnées et uniformes dans le tissu de verre que dans celui du lin.

La pilosité est aussi une source de désorientation des fibres. En raison de la longueur relativement courte des fibres naturelles, pendant le processus de filage, toutes les extrémités de fibres ne sont pas bien intégrées dans la structure de la mèche ou du fil. Cette distribution des fibres qui sortent (de par leurs extrémités) de la surface des mèches est appelée pilosité. Ces bouts de fibres saillants ont un aspect négatif sur la compaction parce qu'ils provoquent une mauvaise orientation des fibres dans la mèche. Alors que plusieurs bouts de fibres débordent de la surface des mèches de lin (et donc du tissu), les fibres de verre sont parfaitement intégrées dans leurs mèches qui offrent un aspect lisse contrairement au lin. Par ailleurs, nous avons déjà vu que le frottement entre fibres était un facteur important. Parce que pendant la compaction, les couches empilées se déplacent entre elles par glissement pour dissiper de l'énergie. Ainsi, les fibres synthétiques en raison de leur faible rugosité de surface, et donc un faible effort de frottement, aussi bien à l'échelle microscopique que macroscopique, arrivent à se réarranger entre elles et à former un ensemble assez compact contrairement aux fibres naturelles qui sont plus rugueuses.

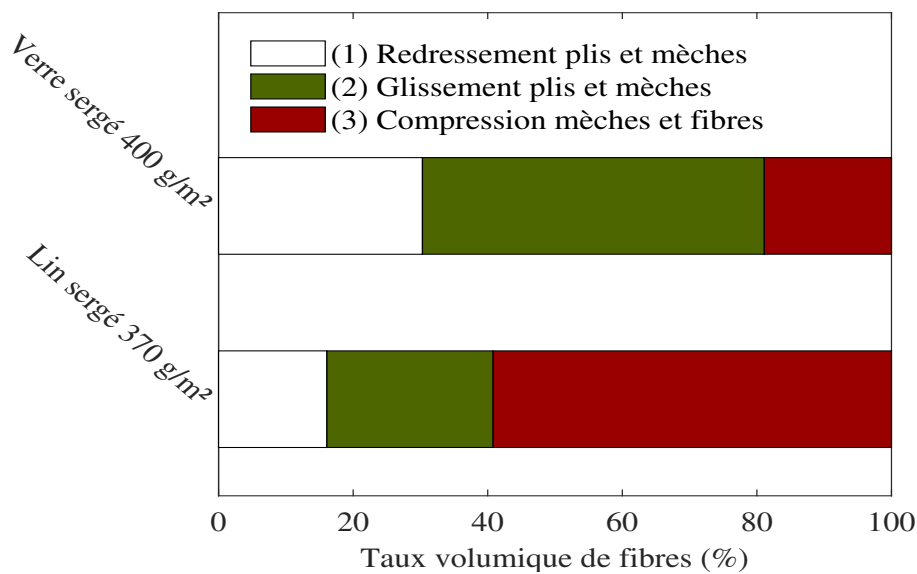
Enfin, comme nous l'avons annoncé plus haut, le degré de séparation des fibres affecte aussi la compaction des renforts fibreux. En raison d'un degré de liberté élevé, les renforts dont les fibres sont bien séparées se compactent mieux. Tandis que les fibres synthétiques sont bien séparées entre elles,

les fibres naturelles se touchent et s'entremêlent ; ce qui explique leur niveau de compaction faible. Cet entremêlement est notamment lié aux résidus de l'agent de liaison naturel, la pectine.

L'ensemble de ces facteurs contribue à un meilleur compactage de la séquence verre comme nous pouvons le voir sur la figure 3.19b où le redressement des mèches et le nesting sont bien plus importants dans l'empilement des couches de verre que celui des couches lin. Ces deux mécanismes, surtout le nesting, comme évoqué tout au long de ce chapitre, sont des éléments responsables du remplissage des porosités comprises dans les plis et entre les plis lors de la compaction.



(a) Courbes  $P - V_f$



(b) Phases de compaction

FIGURE 3.19 – Influence de la nature des fibres

### 3.3 Conclusions

- 12 renforts de lin, de verre et de carbone (UD et tissus) ont été présentés dans ce chapitre. Un accent particulier a été mis sur la caractérisation du tissu toile de lin en raison de son architecture complexe. Ces renforts ont été étudiés en compaction selon une séquence d'empilement à 8 plis et à 1 pli ;
- la compaction des renforts intervient pendant la mise en œuvre des composites, et elle est dominée par trois régimes ou mécanismes : réarrangement et redressement des plis et mèches, glissement des plis et mèches ou nesting et enfin la compression des mèches et des fibres ;
- une méthode basée sur le calcul de pente nous a permis d'identifier ces trois régimes ;
- le modèle de Toll et Manson donné par  $\sigma = a V_f^b$  a été utilisé pour fitter les courbes expérimentales afin de décrire le comportement des renforts. Les paramètres a et b n'ont pas véritablement de sens physique. Une bonne corrélation entre fitting et expérience a été observée ;
- le comportement en compaction des renforts fibreux secs dépend de plusieurs facteurs. Ceux qui ont fait l'objet de notre étude sont : le nombre de plis de la séquence, l'architecture du renfort, le grammage, le type de mèches et la nature des fibres. Les séquences :
  - à 8 plis sont plus compactables que celles à un pli. De façon générale, plus le nombre de plis est élevé plus la séquence est compactable ;
  - de grammage plus élevé sont plus compactables que celles de grammage faible ;
  - dont les mèches sont en fibres sont plus compactables que celles dont les mèches sont en fil ;
  - à fibres synthétiques sont plus compactables que celles à fibres naturelles.

## Chapitre 4

# Propriétés des composites stratifiés hybrides carbone/lin

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Choix des renforts pour l'hybridation</b>	<b>105</b>
<b>4.2</b>	<b>Caractérisation du tissu <i>toile</i> de lin</b>	<b>105</b>
4.2.1	Architecture	105
4.2.2	Observation optique	106
4.2.3	Modélisation 3D	107
4.2.4	Essais de traction sur les fils	107
<b>4.3</b>	<b>Séquences d'empilement et technique hybridation</b>	<b>109</b>
<b>4.4</b>	<b>Compaction des empilements hybrides</b>	<b>111</b>
4.4.1	Méthode de calcul de taux de fibres	111
4.4.2	Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement	112
<b>4.5</b>	<b>Microstructure des stratifiés et relation avec la séquence d'empilement</b>	<b>114</b>
4.5.1	Caractérisation de la microstructure	114
4.5.2	Influence de la séquence d'empilement sur le taux de porosités	116
<b>4.6</b>	<b>Propriétés des composites lin et carbone</b>	<b>118</b>
4.6.1	Propriétés de flexion	118
4.6.2	Propriétés en indentation	120
4.6.3	Comportement à l'impact (choc Charpy)	132
4.6.4	Propriétés d'amortissement	135
4.6.5	Bilan des séquences non-hybrides	140
<b>4.7</b>	<b>Caractérisation des séquences hybrides</b>	<b>143</b>
4.7.1	Propriétés en flexion	143
4.7.2	Propriétés en indentation	144
4.7.3	Comportement à l'impact (choc Charpy)	148
4.7.4	Propriétés d'amortissement	151
4.7.5	Bilan des séquences hybrides	153
<b>4.8</b>	<b>Bilan général</b>	<b>153</b>
<b>4.9</b>	<b>Conclusion</b>	<b>156</b>

---

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques des composites lin/carbone.

Nous allons présenter ici la microstructure des plaques composites fabriquées en infusion et les essais mécaniques évoqués dans le chapitre 2 seront également présentés en termes de résultats. Le but n'est pas de réaliser une étude très approfondie ou une modélisation d'un comportement particulier des composites (voir chapitre 5) mais de montrer les variations de propriétés apportées par l'hybridation des couches de lin et de carbone dans le composite, suivant différentes séquences. Mais nous allons dans un premier temps présenter les résultats de compaction réalisée sur des empilements hybrides (renforts secs) avant d'en arriver aux propriétés des composites. Pour cela, le chapitre sera organisé en cinq différentes parties :

- compaction des empilements hybrides ;
- microstructure des composites stratifiés fabriqués ;
- propriétés issues de la caractérisation expérimentale des composites non-hybrides ;
- propriétés des stratifiés hybrides ;
- bilan général de l'apport de l'hybridation sur les propriétés.

### 4.1 Choix des renforts pour l'hybridation

Les résultats de compaction présentés dans le chapitre précédent notamment dans la section 3.2.6.4 ont montré que le tissu de lin à armure toile ne se compacte pas assez, dû principalement à la rigidité des fils qui ne se déforment pas et à l'armure du tissu. De plus, les précédents travaux réalisés dans notre laboratoire (thèse, stages) et même dans l'école (projets d'études) ont montré que les composites renforcés par ce tissu de lin avaient d'importants taux de porosités. Par conséquent, afin d'améliorer les propriétés de ce tissu de lin notamment le taux de fibres, une hybridation avec le tissu sergé de carbone ayant de bonnes propriétés de compaction a été envisagée. Le choix du carbone s'inscrit dans une logique de continuité d'études antérieures réalisées au laboratoire.

Avant de présenter les différentes séquences d'empilement hybrides, nous allons d'abord exposer les résultats issus d'une étude caractérisation réalisée sur le tissu toile de lin afin de mieux comprendre son architecture complexe et particulière.

### 4.2 Caractérisation du tissu *toile* de lin

#### 4.2.1 Architecture

Le but principal de ce travail est la compréhension de l'armure du tissu toile de lin mais cette étude peut également nous aider à comprendre les sources de porosité liées à ce tissu et par conséquent celles liées aux composites renforcés par ce type de tissu.

Après une observation attentive du tissu, nous avons dans un premier temps essayé de comprendre le tissage des mèches de trame et de chaîne, et l'entremêlement des fils entre eux. Nous avons réalisé un dessin à la main, sur feuille blanche, pour mieux illustrer le tissage de ce renfort. Sur la figure 4.1, on peut voir une vue zoomée du tissu à gauche ainsi que le dessin papier à droite, où la couleur verte montre les fils de chaîne et la rouge, les fils de trame. Ces deux images donnent un aperçu de l'architecture du tissu.

On peut facilement remarquer que le tissu est composé de fils de couleurs différentes. Dans un sens, on a des fils blancs et dans l'autre, des fils marrons/gris.

Dans le but de mieux décrire l'architecture du tissu, nous avons réalisé des observations optiques (à la caméra) sur celui-ci. Les résultats seront exposés dans la section 4.2.2.

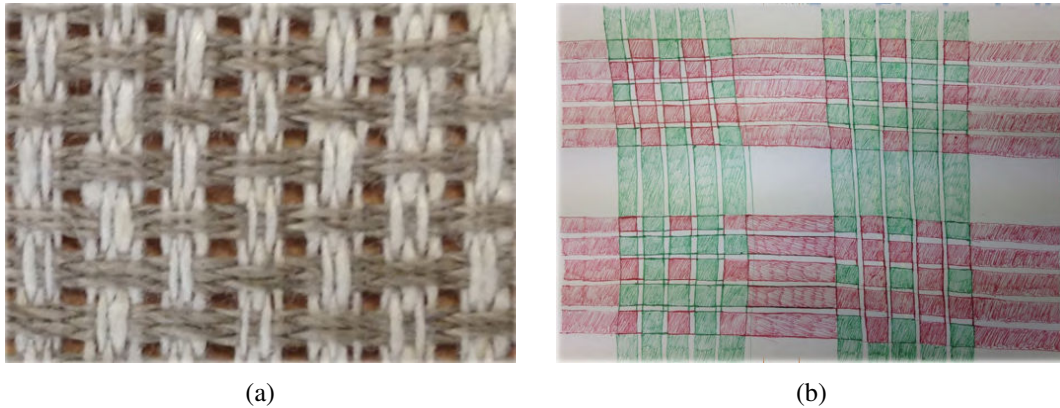


FIGURE 4.1 – Vue zoomée (a) et dessin manuel du tissu toile de lin (b)

#### 4.2.2 Observation optique

Les observations, réalisées à la caméra, ont été faites sur différents endroits du tissu. Elles ont porté sur les nœuds (lieu de croisement des mèches de chaîne et de trame), les mèches (paquet unitaire des fils) et les fils individuels qui forment le tissu. Ces différentes observations nous ont permis de bien comprendre le mode d'entrelacement des mèches entre elles et des fils entre eux. Elles nous ont également permis de connaître les caractéristiques géométriques du tissu telles que l'espacement entre les mèches de chaîne et de trame et le diamètre d'un fil élémentaire.

Quant à l'épaisseur du tissu, elle a été déterminée par le biais d'une colonne de mesure destinée à estimer les épaisseurs des pièces. La valeur de l'épaisseur qui sera montrée un peu plus tard dans cette partie est une moyenne de toutes les valeurs obtenues suite à des mesures à différents endroits du tissu (environ une trentaine de mesures).

Les mèches sont tissées d'une manière très spéciale, comme le montre la figure 4.2b. Aussi bien au niveau de la chaîne que de la trame, les mèches, qu'elles soient grises ou blanches, sont composées de 5 fils.

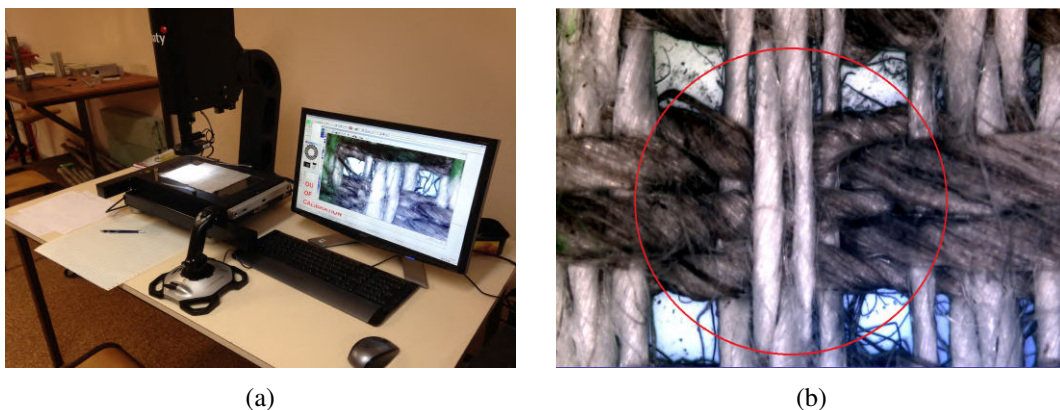


FIGURE 4.2 – Dispositif montrant les observations optiques réalisées sur le tissu (a) et Image d'un nœud élémentaire du tissu (b)

Sur cette figure, on observe l'entrelacement entre une mèche de chaîne et une mèche de trame. Le nœud est formé par 10 fils (5 dans le sens chaîne et 5 autres dans le sens trame). Alors si nous désignons par « c » et par « t », respectivement, un fil de chaîne (sens vertical donc sur cette figure il s'agit du fil blanc) et de trame (sens horizontal, fil gris sur cette figure), on a un système : 2c-3t-3c-2t. Ceci signifie tout simplement que dans un premier temps 2 fils de chaîne flottent au-dessus, ensuite 3 fils de trame

passent en-dessous, puis 3 fils de chaîne passent encore en-dessous et finalement 2 fils de trame viennent en-dessous de tous les fils précédents pour fermer ainsi le nœud. Pour comprendre facilement ce que nous venons de décrire, il est nécessaire de lire la figure dans le sens de la profondeur.

La description précédente est particulièrement attribuée au nœud encerclé (en rouge), que nous observons sur la figure 4.2b.

Mais, d'une façon générale, que ce soit dans le sens vertical ou horizontal, on distingue une alternance du duo : (2c-3t-3c-2t)-(2t-3c-3t-2c) sur toute l'étendue du tissu.

Nous avons ensuite effectué des mesures grâce à un logiciel lié à la camera. Les premières mesures donnent lieu à l'espacement se trouvant entre les mèches dans les deux sens du tissu.

Après cette étape, une quarantaine de fils ont été extraits dans chacun des sens du tissu, afin d'en connaître le diamètre. Des observations optiques ont donc été menées sur ceux-ci. Et les diamètres ont été calculés. Les résultats ont montré que les fils ont la même grosseur, qu'ils soient blancs ou gris. Toutefois, il est important de signaler que les fils ne sont pas tout à fait homogènes en termes de diamètre. Donc, sur chaque fil, des mesures ont été faites tout au long. Pour le diamètre final retenu, une moyenne a été faite de toutes les mesures effectuées.



(a) Extraction des fils

(b) Observation sur fil élémentaire

FIGURE 4.3 – Images montrant les observations réalisées sur les fils

À l'issue de cette étude, les résultats trouvés sont énumérés ci-dessous :

- diamètre du fil (sens chaîne et trame) : 0,374 mm avec un écart-type de 30% ;
- espacement inter-mèches de chaîne : 0,866 mm avec un écart-type de 16% ;
- espacement inter-mèches de trame : 0,773 mm avec un écart-type de 14% ;
- épaisseur moyenne du tissu : 0,748 mm avec un écart-type de 8%. Ce dernier paramètre vaut deux fois le diamètre du fil.

### 4.2.3 Modélisation 3D

Avec tous les paramètres précédemment identifiés, nous avons réalisé une représentation 3D du tissu via le logiciel TexGen. L'objectif de cette modélisation volumique est de mieux présenter le tissu, d'estimer son taux de remplissage et de mieux comprendre les sources de porosité dans les composites qui seront ultérieurement fabriqués. La figure 4.4 montre la représentation d'une maille élémentaire du tissu. Le taux de remplissage volumique lié à cette maille et donné par le logiciel est de 65%.

### 4.2.4 Essais de traction sur les fils

Afin de satisfaire notre curiosité par rapport à la différence de couleur observée dans les deux sens du tissu, nous avons réalisé des essais de traction sur les fils de chaîne et de trame. L'objectif de cette démarche est de savoir si les deux fils ont le même comportement ou non.



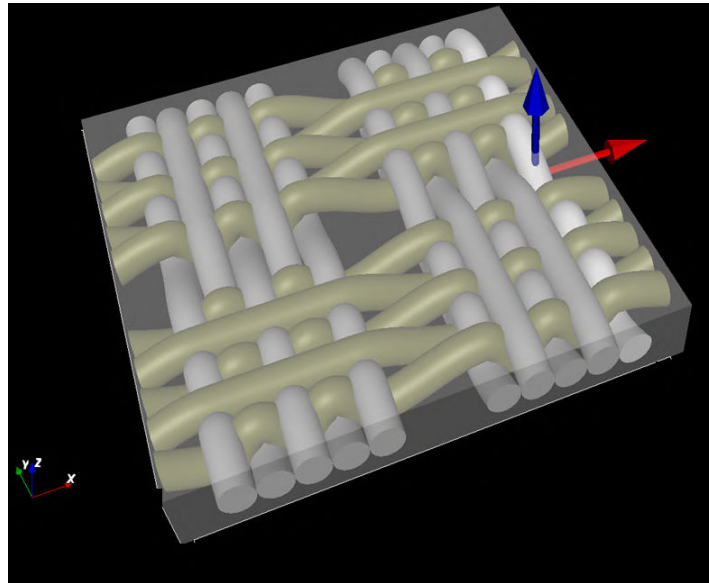


FIGURE 4.4 – Représentation 3D d’une maille du tissu de lin à armure toile, sous TexGen

La différence de couleur peut avoir pour origine des traitements de surface réalisés sur les fils. Ce traitement dont on ignore la nature, s’il a effectivement été réalisé, pourrait avoir une incidence sur le comportement des fils qui l’auraient subi.

Les tests ont été effectués sur une vingtaine de fils aussi bien dans la direction chaîne que trame. La longueur des fils est de 50 mm. Ces tests ont été réalisés à l’aide d’une machine de traction universelle de type MTS Criterion Model 43. Des mors sous forme de pince ont été montés sur la machine. Au cours des premiers tests que nous avons faits, nous avons assisté à un glissement des fils des mors lorsqu’ils sont mis en tension. Afin de remédier à ce problème, des morceaux de papier cartonné ont été utilisés. Ces morceaux de papier sont fixés aux extrémités des fils à l’aide d’une colle. Les fils, dont les bouts sont ainsi maintenus dans des papiers sont alors insérés dans les mors et les essais ont pu se dérouler normalement (figure 4.5).



FIGURE 4.5 – Exemple d’un échantillon fil avant essai

Les essais ont été exécutés à une vitesse de 0.5 mm/min à température ambiante. Un capteur d’effort de 500 N a été utilisé pour la mesure des efforts alors que le déplacement des fils a été mesuré par la traverse de la machine vu qu’un extensomètre ne peut tenir sur les fils.

La figure 4.7 montre l’évolution de l’effort en fonction de l’allongement. Ces résultats montrent un comportement purement linéaire pour les deux fils avec une rupture assez nette. On observe cependant avec une différence de pente entre les fils. Ceci signifie que les fils dans le sens chaîne n’ont pas la même rigidité que ceux du sens trame. En ce qui concerne leur résistance, le fil blanc se montre légèrement plus



FIGURE 4.6 – Montage des fils dans les mors de la machine

résistant que le marron. Le fil blanc affiche une valeur quasi égale à 12 N (11,97 N) tandis que le marron est à 10,08 N de résistance. On en conclut que les fils n'ont pas les mêmes propriétés dans les deux sens ; ceci pourrait être lié au traitement de surface appliqué à ces fils.

### 4.3 Séquences d'empilement et technique hybridation

Les séquences d'empilement mises en place nous permettent d'étudier 6 différentes configurations de composite dont quatre hybrides et deux non-hybrides. Toutes les séquences, hybrides ou non-hybrides, comportent 8 plis. Les séquences hybrides observent une égalité du nombre de couches de carbone et de lin ; ils se composent donc de quatre plis de carbone et quatre plis de lin. Le principe de la *symétrie miroir* a été respecté pour chacune des séquences hybrides. La règle de la symétrie miroir consiste à respecter la symétrie des empilements par rapport à leur plan moyen. Ceci permet d'éliminer les couplages entre le comportement de membrane et de flexion du stratifié et d'éviter les déformations résiduelles qui peuvent en découler. Donc, sans cette symétrie, lors de la mise en œuvre la plaque composite, on peut se retrouver avec un voilement<sup>1</sup> et un gauchissement<sup>2</sup> en raison des dilatations différentielles liées aux différences de coefficient de dilatation entre les deux tissus de renfort (figure 4.8).

Les différentes séquences d'empilement des couches (non-hybrides comme hybrides) sont indiquées sur la figure 4.9. La désignation des composites figure dans le tableau 4.1. Les deux tissus utilisés sont tous équilibrés. Une orientation de 0° a été adoptée pour toutes les plaques lors de leur fabrication.

---

1. Phénomène observé lorsqu'une plaque initialement plane, soumise à des efforts agissant strictement dans son plan, quitte sa configuration plane et fléchit transversalement lorsque des contraintes de compression sont induites dans la plaque du fait de la sollicitation.

2. Torsion ou déformation par rapport à un plan ou à une ligne de référence.

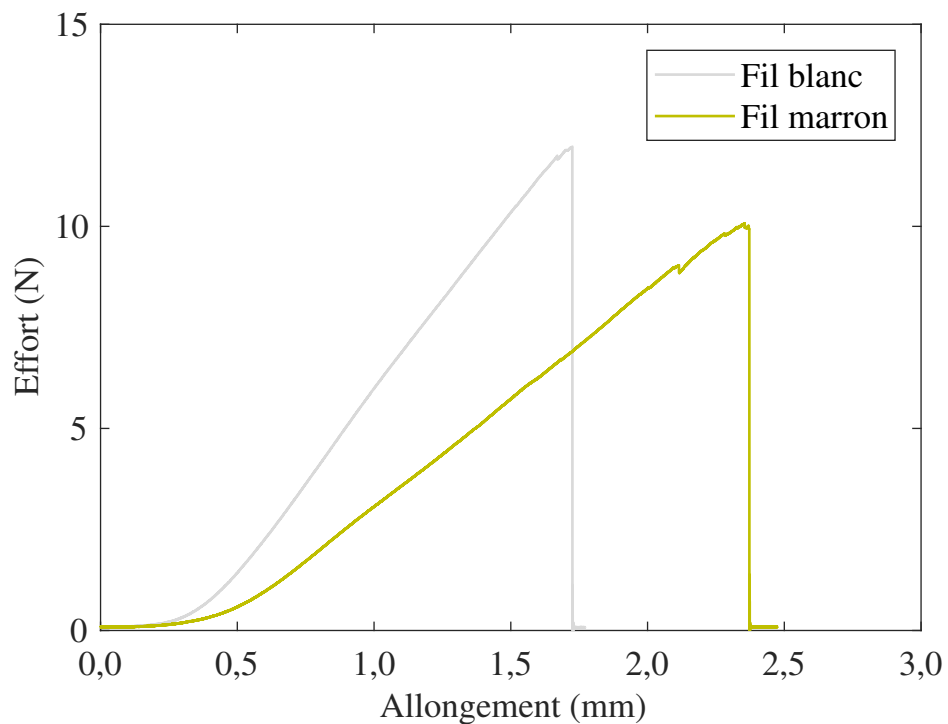


FIGURE 4.7 – Comportement des fils en traction

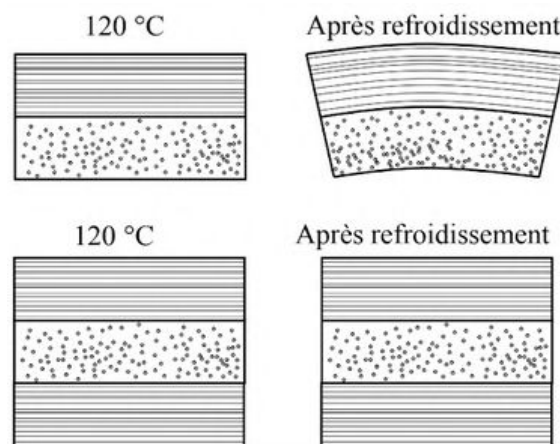


FIGURE 4.8 – Effet de la symétrie miroir lors du refroidissement après fabrication d'un stratifié [157]

Désignation	Nombre de plis lin/carbone	Définition de la séquence
[LLLL]s	8/0	L-L-L-L-L-L-L-L
[LLCC]s	4/4	L-L-C-C-C-C-L-L
[LCLC]s	4/4	L-C-L-C-C-L-C-L
[CLCL]s	4/4	C-L-C-L-L-C-L-C
[CCLL]s	4/4	C-C-L-L-L-L-C-C
[CCCC]s	0/8	C-C-C-C-C-C-C-C

Tableau 4.1 – Définition des séquences d'empilement des stratifiés. s = symétrie, C = Carbone et L = Lin

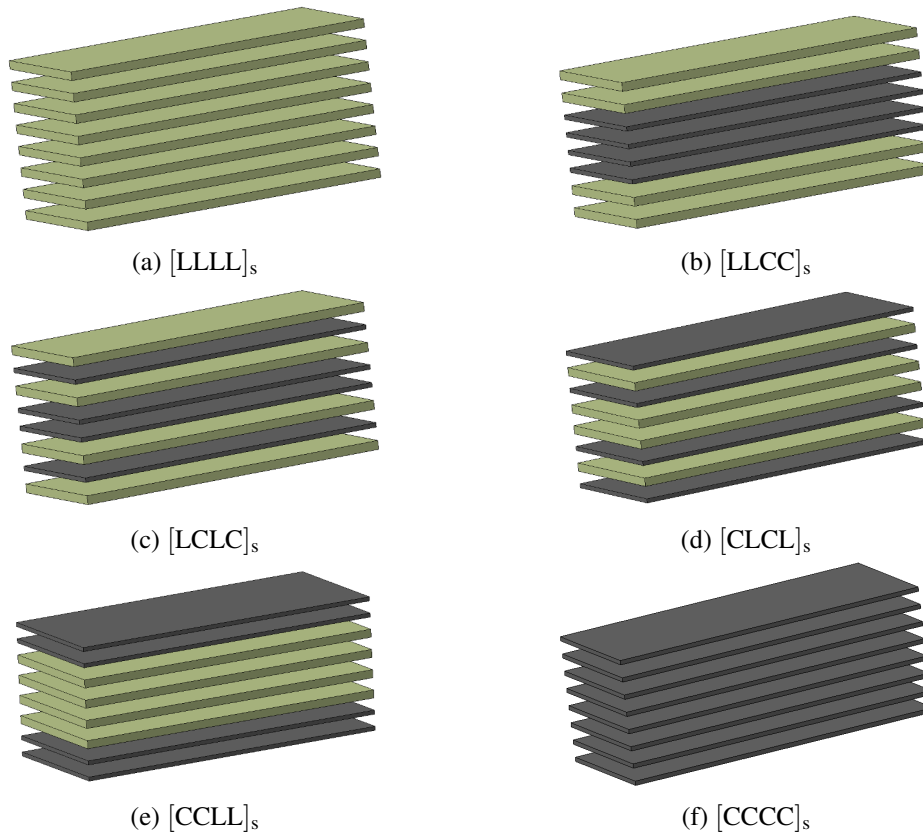


FIGURE 4.9 – Illustration des séquences d'empilement des couches

## 4.4 Compaction des empilements hybrides

Avant de fabriquer les plaques composites, nous avons décidé de faire également des tests de compaction en mode hybride pour savoir si le taux de fibres du tissu de lin va augmenter ou non. Les séquences d'empilement hybrides testées en compaction seront utilisées plus tard pour la fabrication des plaques composites. Cependant, il faut souligner que les plaques n'ont pas été fabriquées avec les mêmes renforts qui ont été compactés; les renforts ont été renouvelés en raison des déformations qu'ils ont pu subir.

### 4.4.1 Méthode de calcul de taux de fibres

La superposition de plusieurs couches de nature différente change la façon de calculer le taux volumique de fibres de la séquence d'empilement. En dehors de  $V_f$ , tous les autres calculs montrés dans le chapitre 3 restent inchangés.

L'équation 4.1 donne l'expression du taux volumique de fibres pour un empilement hybride constitué de  $n$  couches.

$$V_f = \frac{\sum v_i}{v_{\text{empilement}}} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{n_i G_i S_i}{\rho_i}}{S e_{\text{compactée}}} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{n_i G_i}{\rho_i}}{e_{\text{compactée}}} \quad (4.1)$$

Appliquée à notre étude, cette relation s'écrit :

$$V_f = \left( \frac{n_{\text{lin}} G_{\text{lin}}}{\rho_{\text{lin}}} + \frac{n_{\text{carbone}} G_{\text{carbone}}}{\rho_{\text{carbone}}} \right) \frac{1}{e_{\text{compactée}}}$$

#### 4.4.2 Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement

Pour étudier l'influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur le comportement en compaction de renforts secs, nous avons mené des essais de compaction sur les différentes séquences hybrides présentées dans la section 4.3 et les résultats ont été comparés avec ceux du tissu de lin et du tissu de carbone c'est-à-dire les séquences non-hybrides. Pour ces empilements hybrides, les paramètres de la modélisation des données expérimentales par la loi  $P = aV_f^b$  ainsi que les coefficients de corrélation entre les courbes expérimentales et la courbe fittée sont reportés dans le tableau 4.2. Pour les deux séquences non-hybrides  $[CCCC]_s$  et  $[LLLL]_s$ , ces paramètres ont été donnés dans le chapitre précédent.

Le résultat de la compaction des deux séquences de lin et de carbone seuls, est représenté sur les figures 4.10a et 4.10b, et juste en-dessous, on peut retrouver celui des quatre séquences hybrides. On remarque que dans ce dernier cas, toutes les réponses ont la même allure, comparé au premier schéma où la séquence  $[LLLL]_s$  affiche un comportement différent de celui du carbone,  $[CCCC]_s$ . La première figure nous rappelle par ailleurs que le lin est nettement moins compactable que le carbone (35% contre 58,89% à 1 bar).

Séquence d'empilement	Cœf a	Cœf b	Cœf de corrélation
$[LLCC]_s$	$5,148.10^6$	11,870	0,9660
$[LCLC]_s$	$1,761.10^6$	10,730	0,9662
$[CLCL]_s$	$3,490.10^5$	9,319	0,9487
$[CCLL]_s$	$1,814.10^5$	8,743	0,9561

Tableau 4.2 – Paramètres du modèle de compaction pour les empilements hybrides et coefficient de corrélation entre le fittage et l'expérimental

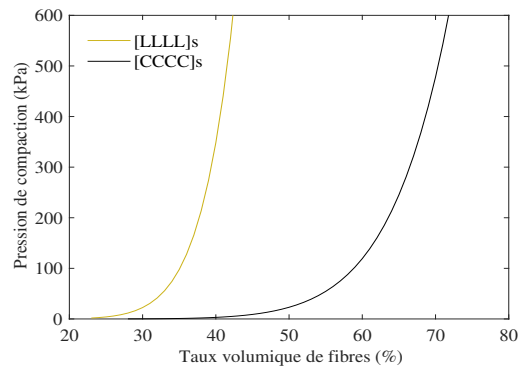
De ces résultats, nous tirons deux conclusions. La première : le mélange de plis de lin et de carbone permet d'améliorer le taux volumique de fibres du lin seul en compaction. On passe de 35% à 41,05% en moyenne soit un gain de 17,28 %. La deuxième : la position des plis de carbone ou de lin dans la séquence n'a pas un véritable impact sur le taux volumique de fibres. En effet, comme le montre le tableau 4.3, on obtient dans le pire des cas un taux de fibres 40,08 % ( $[CCLL]_s$ ) et au mieux, 42,5 % ( $[LLCC]_s$ ) à 1 bar, ce qui ne nous semble pas très significatif comme différence.

Séquence	$[LLLL]_s$	$[LLCC]_s$	$[LCLC]_s$	$[CLCL]_s$	$[CCLL]_s$	$[CCCC]_s$
$V_f$ à $P = 1$ bar (%)	35	40,08	40,1	41,5	42,5	58,85

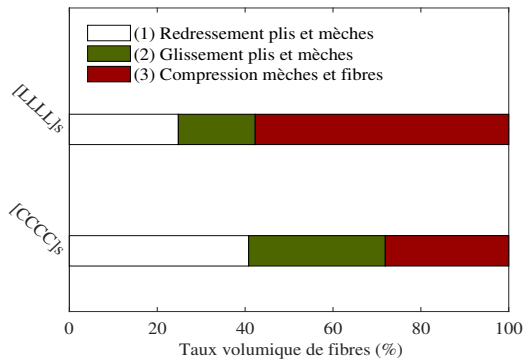
Tableau 4.3 – Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement en compaction : tableau des valeurs de  $V_f$  à  $P = 1$  bar

Le premier résultat s'explique par la perte de rigidité de la séquence  $[LLLL]_s$  de départ. L'apport des plis de carbone (la structure des fibres, la faible désorientation, la bonne séparation des mèches) améliore la déformation de la séquence et favorise la réduction des espaces vides qui résident en son sein, surtout si ces plis sont placés de par et d'autre des plis de lin.

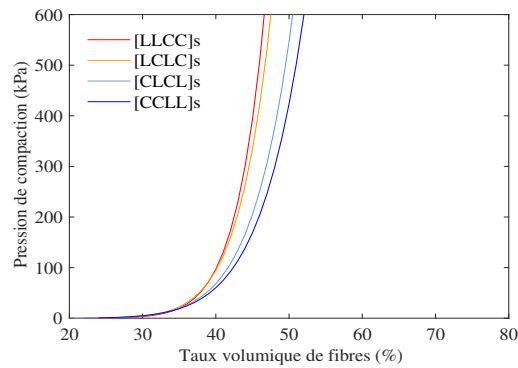
Ce qu'on pourra retenir du second résultat c'est que, ce qui importe dans la compaction, ce sont les phénomènes physiques (réorganisation et déformation de fibres/mèches, aplatissage de mèches, glissement inter-couches ...) se déroulant au sein de chaque pli et entre les plis. La position ou l'ordre des plis rentre très faiblement en jeu durant le processus de compaction de renforts secs. Ce résultat rejoint quelques analyses effectuées par certains auteurs sur l'effet de la séquence d'empilement sur le comportement en compaction [158, 159]. En outre, les figures (4.10b et 4.10d) montrant l'ordre et le déroulement des régimes de compaction viennent corroborer ce constat. En effet, contrairement aux deux



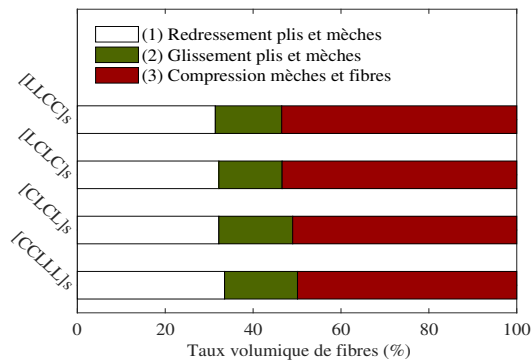
(a) Courbe  $P - V_f$



(b) Phases de compaction



(c) Courbe  $P - V_f$



(d) Phases de compaction

FIGURE 4.10 – Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur la compaction : (a) et (b) Séquences non hybrides et, (c) et (d) séquences hybrides

empilements non-hybrides où le comportement de l'empilement carbone se distingue nettement de celui du lin par un long redressement des plis et des mèches et par un nesting important (la prédominance de ces deux mécanismes physiques surtout le nesting favorise la compactabilité du renfort), on remarquera pour les séquences hybrides que les trois phases de compaction sont quasiment les mêmes pour chacune des séquences aussi bien en termes d'ampleur que de timing. Ces phases ont presque la même étendue (plage de  $V_f$ ), commencent et prennent fin presque au même moment. La séquence d'empilement des couches de carbone et de lin n'a une influence significative sur la compaction hybride.

## 4.5 Microstructure des stratifiés et relation avec la séquence d'empilement

### 4.5.1 Caractérisation de la microstructure

Les éléments de la microstructure sont les fibres, la matrice et les porosités contenues dans les plaques stratifiées. Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour caractériser la microstructure des composites en fonction des équipements et moyens disponibles.

Les méthodes décrites ci-dessous [160] permettent de déterminer plusieurs descripteurs microstructuraux comme les taux massiques et volumiques des pores et des fibres, l'orientation du réseau des fibres, la géométrie des mèches ...

- *La double pesée* : on pèse le matériau dans l'air et dans l'eau afin de remonter à la masse volumique d'un corps (s'il est étanche). Connaissant la masse volumique de chacun des constituants, on peut retrouver le taux volumique de fibres dans le matériau. Cette méthode est performante dans la mesure où la masse volumique des fibres est différente de celle de la matrice. Par contre, dans cette méthode, on suppose que la porosité est négligeable ;
- *la pyrolyse ou la calcination* : permet d'avoir accès au taux massique de fibres. Elle consiste à brûler totalement la phase polymère du matériau dont on connaît la masse, en le portant à des températures supérieures à celle de fusion de la résine mais inférieures à celle des fibres. La masse de fibres restantes après calcination est pesée pour en déduire le taux massique de fibres. Cette méthode ne donne pas des informations sur la porosité ;
- *la microscopie* : optique ou électronique à balayage, elle permet d'avoir une évaluation de la microstructure par analyse de coupes transversales du composite. Elle permet aussi de savoir l'orientation des fibres. Par contre, aucune information 3D n'est possible comme par exemple la connectivité des pores ou l'architecture 3D de l'enchevêtrement des fibres ;
- *l'ultrason* : technique non destructive, son principe est identique à celui d'une radiographie. On peut par exemple envoyer une onde ultra-sonore au travers d'une pièce à analyser, par le biais d'un transducteur, et derrière cette pièce, on récupère le signal atténué par un autre transducteur. En parcourant ainsi la pièce, on peut construire une carte d'atténuation dans la direction ciblée. Cependant, les mesures sont moyennées dans l'épaisseur ; il est donc difficile de distinguer très nettement les fibres de la matrice car les propriétés d'atténuation des deux phases sont très proches ;
- *la radiographie à rayons X* : non destructive aussi, son principe est également basé sur la mesure d'atténuation de signal sauf qu'ici ces signaux sont des rayons X. Les mesures sont également moyennées dans l'épaisseur dans ce cas ; ce qui rend difficile la distinction fibre-matrice ;
- *la microtomographie à rayons X en mode d'absorption* : technique de tomographie, non-destructive et permettant d'obtenir des informations tri-dimensionnelles sur le matériau. Elle permet de bien révéler les pores et de les quantifier, mais les fibres sont difficiles à distinguer de la matrice, pour les mêmes raisons évoquées que précédemment.

Aussi faut-il noter qu'au vu de la description ci-dessus, la plupart de ces techniques ne fournissent pas de façon exhaustive les descripteurs de microstructure d'un matériau donné (taux de fibres, de porosité, orientation du réseau fibreux, etc). Chacune d'entre elles semble être dédiée à un type de mesure.

Dans notre étude, nous avons utilisé une *approche analytique* pour quantifier la microstructure des composites. Les lignes ci-dessous présentent cette méthode et donnent les différentes valeurs des taux volumiques de fibres  $V_f$ , de matrice,  $V_m$  et de porosité,  $V_p$ , obtenues selon la séquence d'empilement.

### Données

Afin de quantifier la microstructure des stratifiés, les paramètres suivants sont à connaître :

- masse des plaques (pesée effectuée après découpe) :  $M_{plaque}$  ;
- dimensions des plaques : longueur  $L$ , largeur  $l$  et épaisseur  $e$  ;
- masse surfacique des renforts :  $G$  ( $G_{carbone}$ ,  $G_{lin}$ ) ;
- masse volumique des fibres :  $\rho_f$  ( $\rho_{carbone}$ ,  $\rho_{lin}$ ) ;
- masse volumique de la matrice :  $\rho_m$ .

### Méthodologie

Les entités constituant la microstructure des composites renforcés de fibres sont liées par la relation suivante :

$$V_f + V_m + V_p = 1 \quad (4.2)$$

où :

$$V_f = \frac{v_f}{v_{plaque}}$$

$$V_m = \frac{v_m}{v_{plaque}}$$

or :

$$v_f = \frac{M_f}{\rho_f} = \frac{G S n}{\rho_f}$$

$$v_m = \frac{M_m}{\rho_m} = \frac{M_{plaque} - M_f}{\rho_m}$$

$$v_{plaque} = L l e$$

$n$  représentant le nombre de plis et  $S$  la surface, il vient donc, pour :

- les non-hybrides :

$$V_f = \frac{G S n}{\rho_f L l e} \quad (4.3)$$

$$V_m = \frac{M_{plaque} - G S n}{L l e} \quad (4.4)$$

- les hybrides :



$$V_f = \frac{S}{L l e} \left( \frac{G_{carbone} n_{carbone}}{\rho_{carbone}} + \frac{G_{lin} n_{lin}}{\rho_{lin}} \right) \quad (4.5)$$

$$V_m = \frac{M_{plaque} - S (G_{carbone} n_{carbone} + G_{lin} n_{lin})}{L l e} \quad (4.6)$$

Aussi bien dans le cas hybride que non-hybride, le taux volumique de porosités présentes dans les composites est donné par la relation 4.7, conséquence de l'équation 4.2 :

$$V_p = 1 - V_f - V_m \quad (4.7)$$

Les caractéristiques des fibres de carbone et de lin (masse volumique et grammage) sont rappelées dans le tableau 4.4. La masse volumique de la matrice utilisée est également donnée.

Matériau	Carbone	Lin	Matrice
<b>Masse volumique (g/cm<sup>3</sup>)</b>	1,7	1,54	1,14
<b>Grammage (g/m<sup>2</sup>)</b>	189	240	-

Tableau 4.4 – Caractéristiques des renforts et de la matrice

## Résultats

Les résultats issus de cette méthode d'évaluation de la microstructure des composites stratifiés sont regroupés dans le tableau 4.5.

Séquence		[LLLL] <sub>s</sub>	[LLCC] <sub>s</sub>	[LCLC] <sub>s</sub>	[CLCL] <sub>s</sub>	[CCLL] <sub>s</sub>	[CCCC] <sub>s</sub>
<b>Fibres (V<sub>f</sub>)</b>		35,07	40,09	40,47	42,16	43,99	55,59
<b>Matrice (V<sub>m</sub>)</b>	(%)	51,91	49,65	51,49	51,74	51,98	43,25
<b>Porosité (V<sub>p</sub>)</b>		13,01	10,26	8,03	6,10	4,03	1,16

Tableau 4.5 – Quantification de la microstructure des composites stratifiés

### 4.5.2 Influence de la séquence d'empilement sur le taux de porosités

Vu le degré faible du taux de porosités du stratifié uniquement fait en carbone, [CCCC]<sub>s</sub>, les taux de porosités obtenus pour les autres stratifiés, sont liés à la présence des couches de lin et la position de ces couches en leur sein.

Eu égard aux résultats présentés dans la section 4.5.1, deux constats se dégagent. Parmi les séquences non-hybrides, la séquence [LLLL]<sub>s</sub> est largement plus poreuse que la [CCCC]<sub>s</sub>, alors qu'au niveau des hybrides, les séquences où l'on place la ou les couches de carbone sur les deux faces du stratifié contiennent moins de porosité. Ceci est vrai qu'il s'agisse d'alterner les couches de carbone et de lin (6,10 % pour [CLCL]<sub>s</sub> contre 8,03 % pour [LCLC]<sub>s</sub>) ou de placer toutes les couches de lin dans l'âme du composite plutôt que celles en carbone (4,03 % de porosité pour la [CCLL]<sub>s</sub> contre 10,26 % pour [LLCC]<sub>s</sub>).

Nous allons énumérer ci-après, de façon plus détaillée, ce qui explique la différence observée dans la microstructure des stratifiés, notamment les facteurs qui influence le taux de porosités.

— **L’existence de lumen dans les fibres de lin**

La structure des fibres de lin a été décrite dans le chapitre 1 où nous avons décrit le lumen comme étant une cavité poreuse qui traverse longitudinalement la fibre en son centre. Ainsi, ces fibres sont en mesure d’absorber de l’air et de le garder. La porosité croît avec le nombre de plis en raison de la présence du lumen. Donc plus on ajoute de couches de lin dans la séquence, plus la porosité s’élève. C’est le cas de séquence [LLLL]<sub>s</sub> composé de 8 plis de lin soit deux fois plus que les séquences hybrides.

— **Une mauvaise compatibilité des fibres de lin avec la matrice, en raison de la chimie complexe de la surface des fibres de lin**

L’incompatibilité a pour conséquence une mauvaise adhérence entre fibres et matrice, laissant alors des vides dans les plis et dans la séquence.

— **La forme et les dimensions hétérogènes des fibres de lin. Ces caractéristiques géométriques limitent l’imprégnation matricielle**

Les caractéristiques géométriques du tissu de lin (désorientation, ondulation, tissage spécial) peuvent également, dans une certaine mesure complexifier ou compromettre le trajet d’écoulement de la résine. En réalité, ce chemin d’écoulement complexe va naturellement induire une mauvaise répartition de la matrice dans la couche de lin. Donc, la matrice au lieu de bien se répartir dans tout le composite va se densifier dans les couches de lin placées à l’extérieur, au détriment des couches internes du composite. La matrice va ensuite se polymériser sur les faces laissant un intérieur pauvre en résine et donc dominé par du vide. Un trajet d’écoulement complexe de la résine lors de l’injection peut être à l’origine de porosité élevée de la séquence [LLCC]<sub>s</sub> comparativement aux autres séquences hybrides.

— **Fil torsadé**

Les études de Rask et Madsen [161] ont révélé que la torsion des fibres provoque une augmentation de porosité dans les composites renforcés par ce type de fibres. En réalité, plus le degré de torsion des fibres est grand, plus les fibres sont extrêmement serrées entre-elles dans le fil. Dans une telle configuration, il est difficile pour la matrice de s’insérer entre les fibres et de les imprégner comme cela se doit. Toutes les fibres n’étant pas correctement imprégnées, il en résulte un composite à taux de porosités important.

— **La faible capacité de compactage du renfort de lin, limitant ainsi la fraction volumique de fibres pouvant être obtenue**

La capacité du renfort à se compacter afin de remplir les espaces vides est un facteur important pour l’obtention d’un composite de bonnes qualités.

Nous avons vu dans les sections antérieures que le tissu de lin avait un taux de remplissage inférieur que celui du carbone (83,76% contre 99,28 %). Le taux de remplissage indique l’ampleur du vide présent dans le renfort à combler lors de la mise en œuvre. Le design du tissu couplé avec la nature des fibres va jouer un grand rôle dans le bon remplissage de ces espaces vides lors de l’élaboration.

Le tissu de lin n’est pas aussi compactable que celui du carbone (35% de taux de fibres pour le lin contre 58,85% pour le carbone à 1 bar, selon les résultats des essais de compaction). Cet écart est dû à la structure architecturale du tissu de lin et la structure propre des fibres. Le tissu n’est pas bien rempli et comporte d’importants espaces entre les mèches de trame et celles de chaîne. De plus, le tissu de lin est fabriqué avec des fils torsadés contrairement au tissu de carbone constitué

de mèches déformables. Cette spécificité du tissu de lin a pour conséquence une mauvaise compressibilité.

— **La perméabilité de la préforme**

Les couches de carbone, en raison de leur homogénéité architecturale peuvent assurer une bonne perméabilité de la résine à travers le stratifié. En effet, les plis de carbone peuvent servir à bien distribuer la résine dans le stratifié vu le caractère simple du tissage (par rapport au tissage du lin). En effet, les travaux de Song [162] ont montré qu'un tissage complexe peut provoquer l'apparition de gradients de perméabilité induisant des écoulements différenciés très prononcés entre la surface et le cœur du composite. Les écoulements différenciés provoquent des fermetures du front d'avancée de la résine favorisant la présence de porosité au sein dans le composite. Ceci peut expliquer la différence observée entre les taux de porosités : d'une part entre le composite lin  $[LLLL]_s$  et le composite carbone  $[CCCC]_s$  et d'autre part entre les composites hybrides ayant des couches de carbone à l'extérieur et les hybrides ayant des couches de lin à l'extérieur.

— **Le nesting**

Un mauvais nesting entre les plis de lin peut aussi expliquer le taux de porosités élevé. En effet, une bonne imbrication des fibres et des mèches entre elles contribue à l'augmentation du taux de fibres du composite par réduction de l'épaisseur. Or, une augmentation du taux de fibres implique une réduction du taux de porosités.

Prenant en considération tous les éléments précédents, on pourra conclure que la séquence d'empilement a une influence sur la microstructure finale des composites, en particulier le taux de porosités. Par ailleurs, étant donné que la réduction du taux de porosités implique une augmentation du taux de fibres, il semble alors logique d'affirmer que la séquence d'empilement qui, comme nous l'avons vu, influe sur la porosité influe également et indirectement sur le taux de fibres des composites.

## 4.6 Propriétés des composites lin et carbone

Pour mieux comprendre l'influence de la séquence d'empilement, les propriétés mécaniques et dynamiques des composites lin ( $[LLLL]_s$ ) et carbone ( $[CCCC]_s$ ) ont été premièrement identifiées.

Nous allons donc présenter dans cette section le comportement affiché par chacun de ces composites ainsi que leurs différentes propriétés. Les propriétés mécaniques étudiées sont les propriétés de flexion, de choc et d'indentation. Des mesures vibratoires nous ont permis d'obtenir les propriétés dynamiques des stratifiés.

### 4.6.1 Propriétés de flexion

#### 4.6.1.1 Calcul des propriétés mécaniques

Les plaques fabriquées ont été sollicitées dans le respect de la norme ISO 14125 prévue pour la détermination des propriétés mécaniques de flexion que sont la contrainte ultime, le module de flexion et la flèche.

La contrainte de flexion,  $\sigma$ , caractérise la résistance du composite alors que le module,  $E$ , indique sa rigidité. Ces deux grandeurs sont données par les relations 4.8 et 4.9 respectivement.

$$\sigma = \frac{3 F L}{2 b h^2} \quad (4.8)$$

avec :

- $F$  : l'effort mesuré ;
- $L$  : la portée ;
- $b$  : la largeur de l'éprouvette ;
- $h$  : l'épaisseur de l'éprouvette.

$$E = \frac{\Delta F}{\Delta f} \frac{L^3}{4 b h^3} \quad (4.9)$$

avec :

- $\Delta f$  est la variation de la flèche entre  $f_1$  et  $f_2$  définies comme suit :

$$f_1 = \frac{\varepsilon_1 L^2}{6 h}$$

$$f_2 = \frac{\varepsilon_2 L^2}{6 h}$$

où  $\varepsilon_1 = 0,0005$  et  $\varepsilon_2 = 0,0025$  ;

- $\Delta F$  : la variation de force entre les efforts  $F_1$  et  $F_2$  liés aux flèches  $f_1$  et  $f_2$  ;
- la grandeur  $\frac{\Delta F}{\Delta f}$  représente la pente à l'origine de la courbe force-flèche. C'est le coefficient directeur de la droite de régression linéaire au sens des moindres carrés relativement à la partie linéaire de la courbe.

La déformation de la face extérieure de l'éprouvette (déformation de traction en surface) se calcule au travers de l'expression 4.10.

$$\varepsilon = \frac{6 f h}{L^2} \quad (4.10)$$

où  $f$  représente la flèche au centre de l'éprouvette.

#### 4.6.1.2 Courbe représentative

Afin de représenter le comportement mécanique en flexion des composites, nous avons fait un choix parmi les 5 courbes issues des cinq essais expérimentaux. À titre d'exemple, nous montrons sur la figure 4.11 les cinq courbes de la séquence  $[CCCC]_s$  ainsi que la courbe représentative retenue. Cette démarche a été appliquée à chacune des séquences d'empilement.

#### 4.6.1.3 Comportement mécanique

D'après la théorie classique des poutres, trois composantes du champ de contraintes prédominent lors d'un chargement en flexion 3 points : contraintes de traction (plis inférieurs à la fibre neutre, opposée à la surface d'appui), contraintes de compression (plis supérieurs à la fibre neutre) et contrainte de cisaillement interlaminaire le long de la fibre neutre, la fibre neutre étant la ligne qui passe au milieu de la poutre.

La figure 4.12 montre les résultats des essais de flexion réalisés sur les stratifiés carbone et lin. L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau a été tracée grâce aux relations présentées précédemment.

On observe une nette différence entre le comportement du carbone  $[CCCC]_s$  et celui du lin,  $[LLLL]_s$ . Le stratifié carbone  $[CCCC]_s$  affiche un comportement linéaire suivi d'une première rupture (rupture

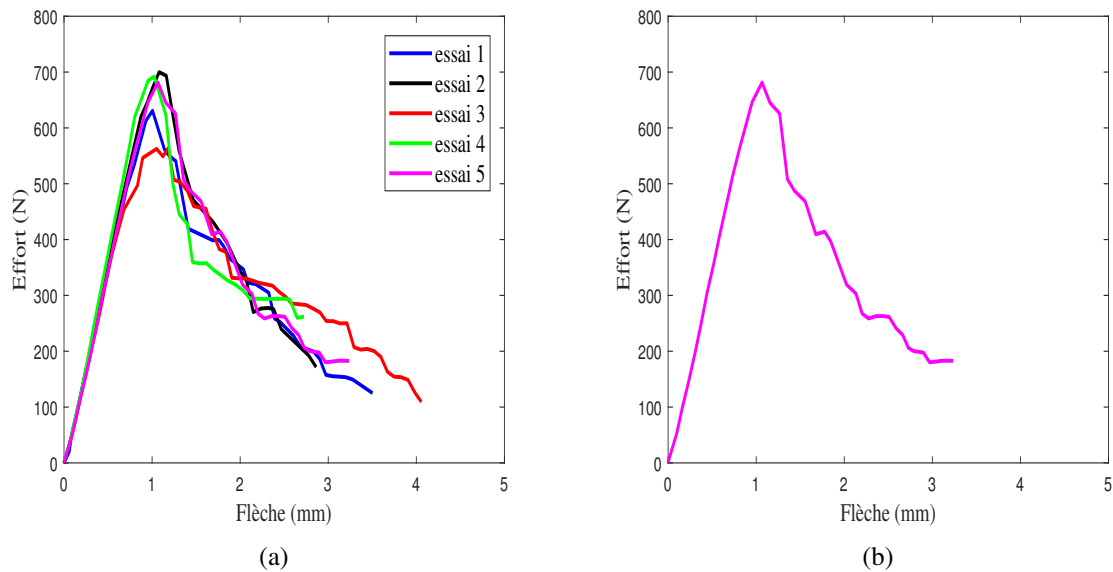


FIGURE 4.11 – Répétabilité des essais : (a) les 5 essais expérimentaux et (b) courbe retenue (essai 5)

d'un pli). Quant au composite lin, on observe un comportement non linéaire au bout duquel on a une rupture brutale.

La part de non linéarité du composite lin  $[LLLL]_s$  peut être attribuée à deux phénomènes : une perte de rigidité globale du stratifié (surtout les couches inférieures sollicitées en traction) due à l'endommagement des plis et une contribution de la matrice. Contrairement aux essais de traction où le comportement est dominé par celui des fibres, pour les essais de flexion, en dehors des fibres, la matrice et l'interface entre les plis interviennent dans le comportement général du matériau composite.

#### 4.6.1.4 Propriétés mécaniques

La figure 4.13 indique l'évolution des propriétés mécaniques de flexion des stratifiés carbone et lin. On retrouve notamment la contrainte ultime, le module et la déformation à la rupture. Ces propriétés sont la moyenne des cinq essais.

On voit que le carbone  $[CCCC]_s$  est plus résistant, plus rigide, et se déforme moins que le lin  $[LLLL]_s$ . On obtient respectivement une résistance et une rigidité de 653,29 MPa et 49,61 GPa pour le carbone alors que pour le composite lin nous n'avons plus que 100 MPa de résistance et 7 GPa de rigidité. Par contre le lin se déforme plus que le carbone. Nous obtenons une déformation à la rupture de 1,53 % pour le stratifié carbone tandis que celle du composite lin est de 2,50 %. Ceci s'explique par la capacité naturelle d'élongation des fibres de lin qui est plus élevée que celle du carbone.

### 4.6.2 Propriétés en indentation

#### 4.6.2.1 Modes de déformation

Les mécanismes de déformations des matériaux élasto-plastiques sollicités en indentation sont complexes car ils dépendent des propriétés mécaniques du matériau à analyser, de celles de l'indenteur et de la géométrie de l'indenteur. Par exemple, une indentation effectuée avec un indenteur à pointe émoussée (par exemple une pointe sphérique, générant de faibles profondeurs d'indentation) conduit souvent à une déformation élastique plus importante que celle que génère une indentation réalisée avec une pointe pointue (pyramidale, conique). Ces mécanismes de déformations résultent d'une combinaison de champs de

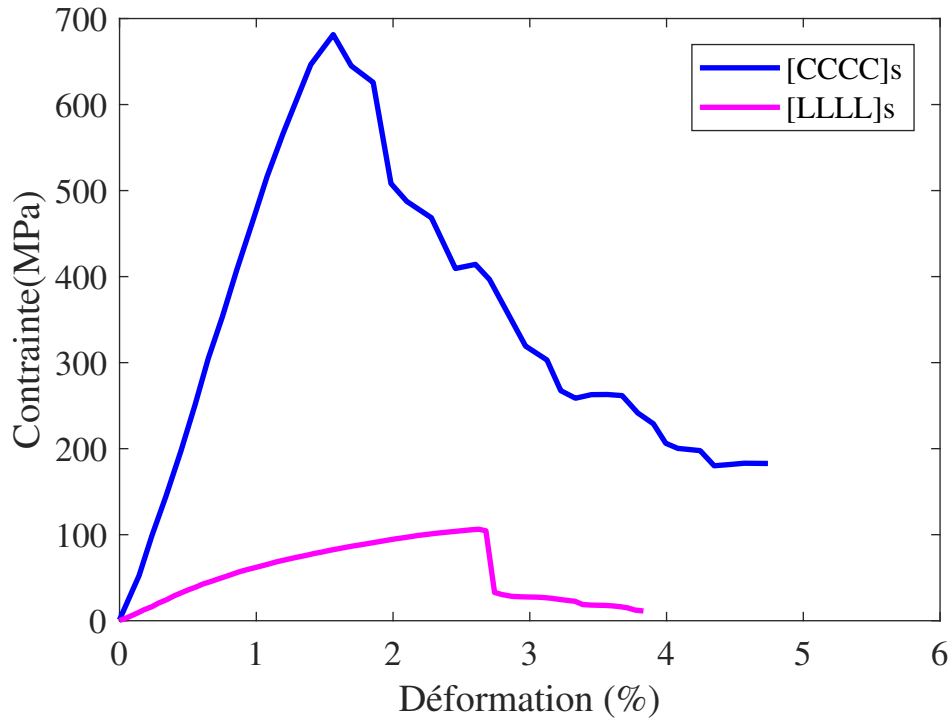


FIGURE 4.12 – Comportement des composites lin et carbone en flexion : courbe contrainte-déformation

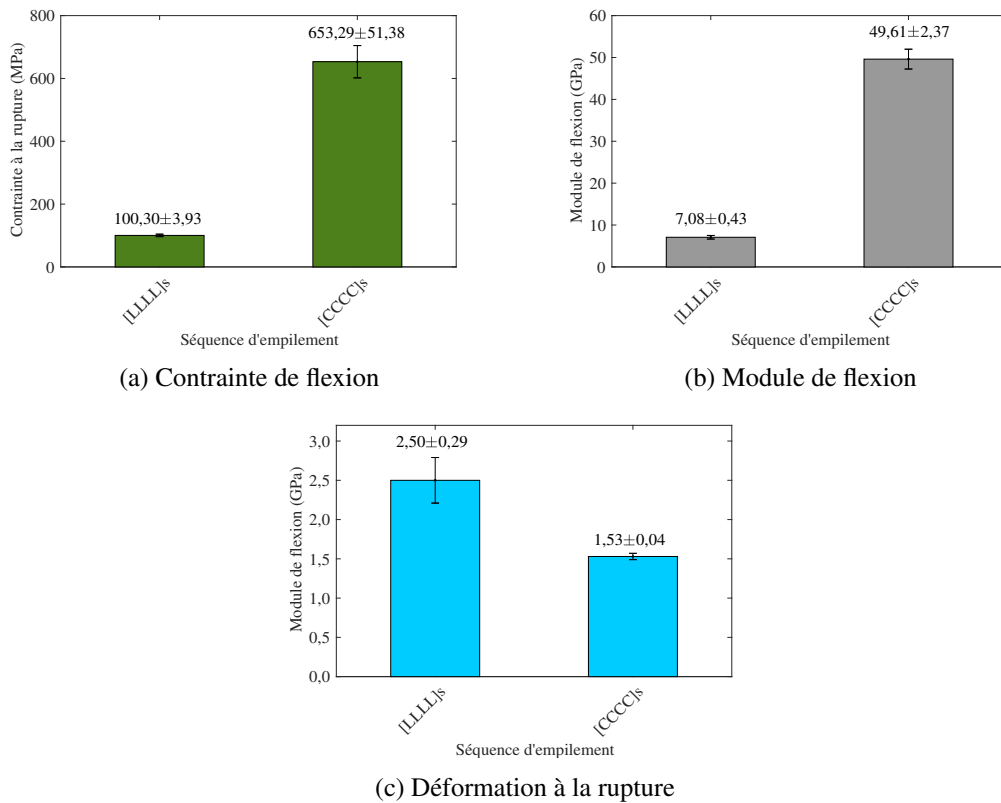


FIGURE 4.13 – Évolution des propriétés mécaniques des composites lin et carbone

déformation élastique et plastique qui se forment sous l'indenteur et qui augmentent avec la profondeur de pénétration [163].

Habituellement, on distingue deux modes de déformation (figure 4.14) :

- le mode *sink-in* : la surface du matériau indenté est tirée vers le bas et vers l'intérieur par la pointe de l'indent. Le sink-in désigne un effondrement de surface. Ce mode de déformation est souvent observé sur les matériaux élastiques ;
- le mode *pile-up* : ce mode est caractérisé par une remontée du matériau vers le haut. Le pile-up est plus observé pour des matériaux présentant une forte déformation plastique.

Le degré de sink-in et de pile-up dépend essentiellement du rapport entre le module de Young et la limite élastique du matériau ( $\frac{E}{\sigma_e}$ ) et du niveau d'écrouissage [164, 165]. Cela dépend aussi du coefficient de frottement entre le matériau et l'indenteur. Pour des matériaux avec écrouissage et avec un rapport  $\frac{E}{\sigma_e}$  élevé, on rencontre plus le phénomène de pile-up. En revanche, pour les matériaux sans écrouissage et à faible valeur de  $\frac{E}{\sigma_e}$ , c'est le sink-in a qui tendance à se produire.

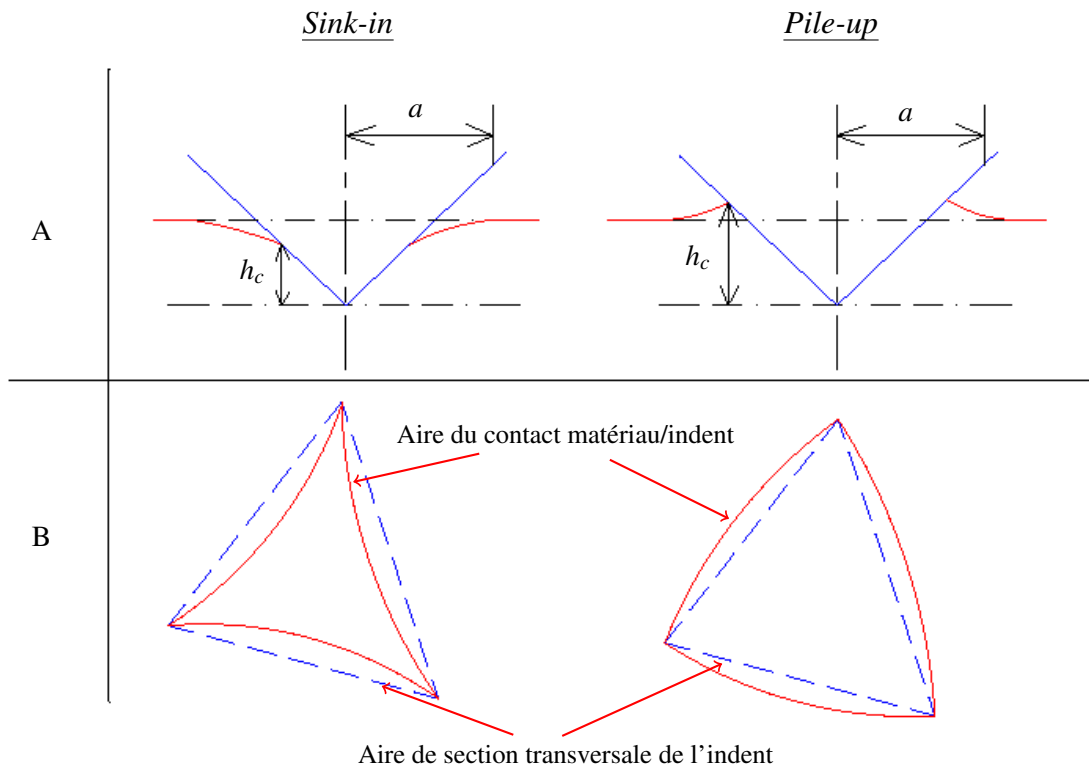


FIGURE 4.14 – Phénomènes de sink-in et de pile-up d'un matériau indenté (A) et les aires de contact correspondants (B)

#### 4.6.2.2 Méthodes d'analyse des courbes d'indentation

Plusieurs méthodes existent dans la littérature pour analyser les courbes charge-décharge d'indentation. Ces méthodes permettent d'extraire les propriétés du matériau indenté à savoir le module et la dureté. L'analyse de ces courbes repose essentiellement sur la bonne détermination de la surface de contact entre l'indenteur et le matériau. Cette surface de contact peut être obtenue en observant directement l'empreinte résiduelle laissée par l'indenteur sur le matériau ou par calcul. Les méthodes qui permettent de déterminer cette aire afin de remonter aux propriétés du matériau reposent sur les équations de contact

de Sneddon [166] et de Hertz [167]. Vu que la réponse du matériau est élastoplastique, l'idée est de pouvoir dissocier la phase élastique de la phase plastique afin de procéder au traitement des résultats sur la contribution élastique au moyen des équations de Sneddon et de Hertz. De toutes les techniques de traitement de résultat que l'on peut retrouver dans la littérature, il y en a trois qui permettent d'approcher au mieux le problème. Tout d'abord, il y a la méthode de Doerner et Nix [168]; c'est la plus ancienne. Ensuite, il y a les méthodes d'Oliver et Pharr [169], et de Field et Swain [170] qui ont été récemment développées. La méthode d'Oliver et Pharr (améliorant l'approche de Doerner et Nix) est sans doute la plus répandue et la plus utilisée de ces trois méthodes d'analyse. Elle sera par conséquent la seule qui sera succinctement présentée dans cette étude. Nous donnerons par la suite les raisons qui nous ont amenés à choisir cette méthode pour traiter nos données.

### Méthode d'Oliver et Pharr

En examinant des données expérimentales issues d'essais d'indentation menés sur un grand nombre de matériaux, Oliver et Pharr ont montré que les courbes d'indentation en particulier la courbe de décharge est rarement voire jamais linéaire (hypothèse sur laquelle se base la formule de Doerner et Nix), même dans les premiers instants de la décharge. Ces auteurs considèrent que la courbe de décharge est mieux décrite par une loi de type puissance qui s'écrit :

$$F = \alpha (h - h_r)^m \quad (4.11)$$

avec :

- $F$  la charge instantanée ;
- $h$  la profondeur d'indentation (déplacement de l'indent) ;
- $h_r$  la profondeur résiduelle d'indentation (profondeur de l'empreinte résiduelle) ;
- $\alpha$  constante ajustable en fonction des données expérimentales ;
- $m$  coefficient donné par le fittage de la portion initiale de la courbe de décharge (entre environ 98% et 40% de l'effort maximal) grâce à la loi de puissance donnée par la relation 4.11.

Les observations faites par Oliver et Pharr remettent en cause l'hypothèse faite par Doerner et Nix selon laquelle l'indenteur Berkovich est assimilé à un indenteur de type poinçon plat.

Afin de comprendre la démarche proposée par cette méthode, il est nécessaire de définir les différents déplacements qui y sont inhérents (figure 4.15).

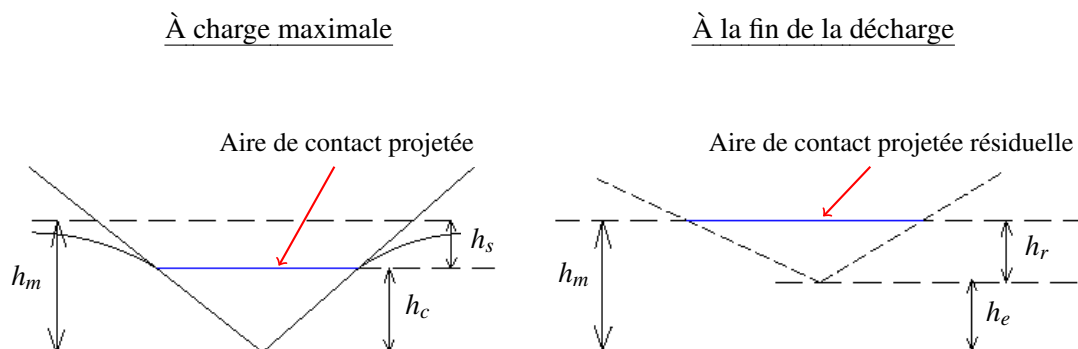


FIGURE 4.15 – Schéma montrant les différents déplacements intervenant dans la méthode d'Oliver et Pharr



Le déplacement total de l'indent ou la profondeur totale de pénétration  $h_m$  est défini comme la somme de la profondeur de contact  $h_c$  et du déplacement de la surface autour de l'indenteur  $h_s$  appelé aussi déflexion élastique.

$$h_m = h_c + h_s \quad (4.12)$$

À la fin de la décharge, une empreinte résiduelle est laissée sur le matériau. La profondeur de cette empreinte résiduelle est notée  $h_r$  et, le déplacement dû à la réponse élastique du matériau sera noté  $h_e$ . L'addition de ces deux déplacements est égale au déplacement maximal atteint par l'indenteur lors de l'essai.

$$h_m = h_r + h_e \quad (4.13)$$

L'idée de cette loi est de calculer la raideur de contact  $S$  en un point spécifique : le point de charge maximale (figure 4.16). Pour ce faire, un simple calcul de dérivation suffit. On dérive l'équation 4.11 par rapport à  $h$  et on pose  $h = h_m$ . Nous avons donc :

$$S = \left( \frac{dF}{dh} \right)_{h=h_m} = \alpha m (h_m - h_r)^{m-1} \quad (4.14)$$

où  $h_m$  est la profondeur d'indentation maximale.

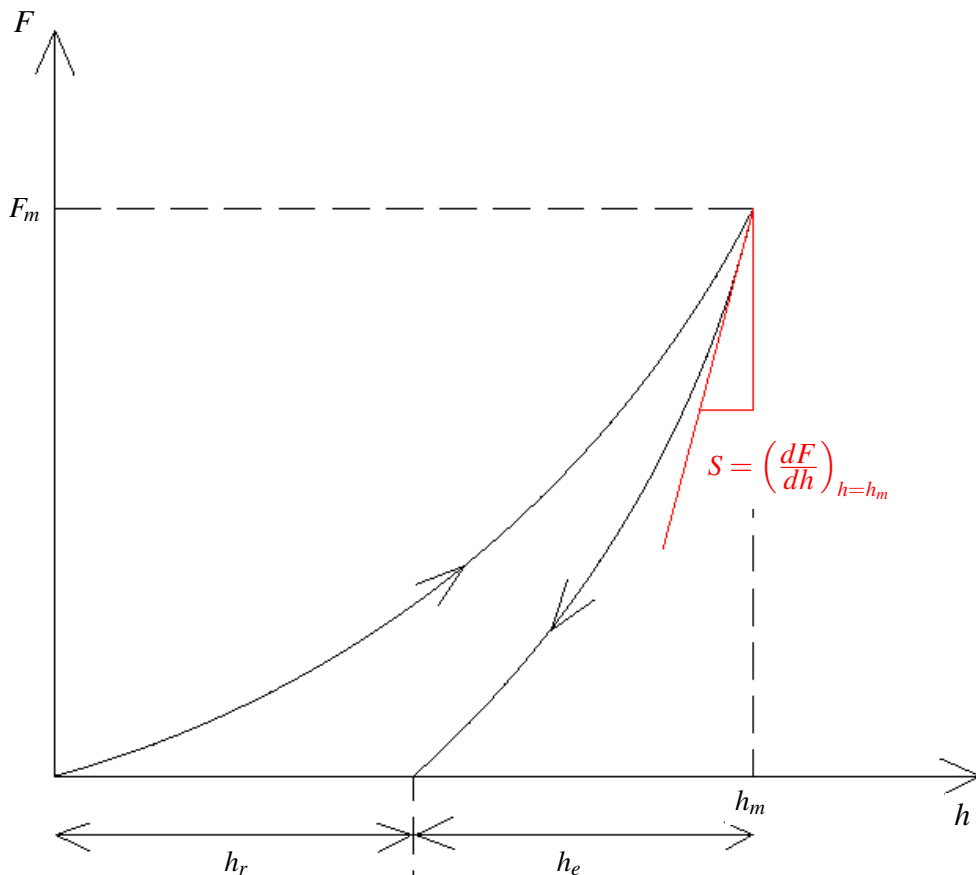


FIGURE 4.16 – Courbe charge-décharge illustrant la méthode d'Oliver et Pharr

Les auteurs supposent ici que le déplacement du matériau lors de la charge est élasto-plastique et que lors de la décharge il n'y a que la contribution élastique qui est retrouvée. Par conséquent, la profondeur résiduelle laissée sur le matériau correspond au déplacement plastique induit par l'indenteur. Pour les

matériaux ayant un comportement plastique inverse, des études [171] ont montré que le déplacement dû à la plasticité inverse peut être également négligé, puisque cette méthode ne devrait pas marcher pour ce genre de matériaux.

Afin d'exprimer la fonction d'aire nécessaire au calcul des propriétés mécaniques du matériau (module d'indentation et dureté), il faut connaître la profondeur de contact  $h_c$ . Or cette profondeur n'est pas expérimentalement mesurable. Donc la solution est de l'exprimer en fonction des paramètres que l'on peut déterminer à partir des données expérimentales. Ainsi, grâce à l'équation 4.12 on réécrit  $h_c$  :

$$h_c = h_m + h_s \quad (4.15)$$

Le paramètre  $h_m$  étant le seul mesurable expérimentalement dans cette équation, il faut alors déterminer  $h_s$ . Et donc pour ce faire, Oliver et Pharr émettent l'hypothèse suivante : la déflexion  $h_s$  de la surface à l'extérieur de la zone de contact est purement élastique. Cette hypothèse valable pour un contact purement élastique ne l'est pour des contacts élasto-plastiques que si on considère un point de la surface assez éloigné de la zone plastique. Ces auteurs se placent donc dans le cas d'un matériau homogène, élasto-plastique et linéaire. Se basant sur les solutions de Sneddon [166], et en supposant que le comportement plastique du matériau indenté est de type « sink-in » (donc effet « pile-up » négligeable), la formule suivante est établie par Oliver et Pharr :

$$h_c = h_m - \varepsilon \frac{F_m}{S} \quad (4.16)$$

où :  $\varepsilon$  est un paramètre lié à la géométrie de la pointe. Quant aux différentes valeurs qu'il prend en fonction de la géométrie de l'indent, se référer au tableau 4.6.

Valeur du paramètre $\varepsilon$	Type d'indent
$\frac{2(\pi - 2)}{\pi} \approx 0,72$	Conique
0,75	Paraboloïdal de révolution
0,75	Pointe Berkovich
0,75	Sphérique
1	Poinçon plat

Tableau 4.6 – Valeurs du paramètre  $\varepsilon$  selon le type d'indent [166, 171, 172]

Oliver et Pharr ont montré que la formule du module d'indentation proposée par Doerner et Nix peut être appliquée à n'importe quel type d'indent (sphère, cône, Vickers, Berkovich ...). Ils ont alors repris cette formule et y ont ajouté un paramètre correcteur noté  $\beta$  qui a pour but de compenser la non-axisymétrie de l'indenteur [172]. Ainsi, ils définissent le module comme suit :

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_{proj}}} \quad (4.17)$$

$S$  est la raideur de contact donnée par l'équation 4.14. Le terme  $\beta$  est un terme adimensionnel qui a fait et fait l'objet de beaucoup d'études. King [173] préconise qu'il vaut 1 dans le cas de petites déformations d'un matériau élastique indenté par une pointe rigide axisymétrique homogène. Mais en réalité les poinçons d'indentation sont loin d'être parfaitement axisymétriques. Plusieurs valeurs ont été proposées dans la littérature mais pour une pointe Berkovich, celle qui est la plus utilisée est donnée par King et est égale à 1,034.

Les auteurs ont montré que l'équation 4.17 est applicable à toute géométrie d'indent dans le cas d'un contact élastique et élasto-plastique.

Avec la connaissance de la géométrie exacte de l'indent, la dureté au sens d'Oliver et Pharr s'exprime par :

$$H = \frac{F}{A_{proj}} \quad (4.18)$$

où  $F$  et  $A_{proj}$  sont respectivement l'effort appliqué et l'aire de contact projetée.

Le résultat que fournit cette approche de calcul de dureté peut être différent du résultat donné par le traditionnel calcul de dureté surtout dans le cas d'un important recouvrement élastique pendant la décharge. En effet, le calcul classique de dureté repose sur le rapport entre l'effort appliqué et la surface de l'empreinte résiduelle après chargement alors que celle donnée par Oliver et Pharr considère l'aire de contact projetée sous charge. Cette dernière méthode prend en compte la déformation élastique et la déformation plastique. Donc, elle tient plus de la pression élasto-plastique moyenne du contact que de la dureté au sens classique (dureté macroscopique).

Cette méthode a été choisie pour analyser nos résultats expérimentaux parce qu'elle est non seulement applicable à n'importe quel matériau ayant un comportement élastique, plastique ou élasto-plastique mais aussi applicable à n'importe quel type d'indenteur. En effet, les matériaux qui font l'objet de notre étude que sont les composites appartiennent à ces classes de matériaux. En plus, cette méthode est parfaitement adaptée pour le type de poinçon (sphérique) que nous avons utilisé pour faire nos essais. Aussi, la méthode d'Oliver et Pharr nous permet de nous affranchir de la condition de linéarité de la courbe de décharge requise par la méthode de Doerner et Nix, car selon eux la courbe de décharge est très rarement voire jamais linéaire même dans les premiers instants de décharge. Pour les pointes sphériques, il a été prouvé que les méthodes d'Oliver et Pharr et de Field et Swain, toutes issues de l'équation de contact élastique de Hertz, sont équivalentes [172, 174]. La différence majeure entre ces deux méthodes est que les derniers auteurs (Field et Swain) modélisent un couple de données à savoir la charge maximale et un pourcentage donné de la décharge, tandis que les premiers (Oliver et Pharr) modélisent la pente à la décharge initiale par dérivation de l'équation de Hertz.

#### 4.6.2.3 Présentation des résultats

Notre but est de déterminer les propriétés mécaniques des différents stratifiés telles que le module d'indentation et la dureté, afin d'analyser l'effet de la séquence d'empilement des couches sur ces propriétés. Le schéma qui nous a permis d'obtenir ces propriétés mécaniques est résumé sur la figure 4.17. Mais il nous semble important de décrire tout de même la première étape de l'analyse qui consiste à modéliser le comportement expérimental des stratifiés par la loi puissance donnée par la relation 4.11.

Pour rappel :

$$F = \alpha(h - h_r)^m \quad (4.19)$$

Les paramètres du modèle  $\alpha$  et  $m$  sont à déterminer (par fitting). Mais avant, il faut déterminer le paramètre  $h_r$ .

#### Détermination du paramètre $h_r$

Physiquement,  $h_r$  correspond à la profondeur de l'empreinte résiduelle marquée sur le matériau par l'indenteur après décharge complète. Elle correspond à l'intersection entre la courbe de décharge et l'axe des abscisses représentant la profondeur de pénétration. Pour l'obtenir, une régression linéaire doit être appliquée à la courbe de décharge sur une plage de 0,05 à 0,15% de l'effort maximal. Pour cela, nous avons utilisé la technique du *Deming fitting* ou régression *orthogonale* simple, qui est une méthode de régression linéaire au sens des moindres carrés consistant à modéliser la relation entre deux variables mesurées expérimentalement tout en tenant compte des erreurs de mesure liées à chacune des variables. On pose :

$$F_{fit} = a_h h_{fit} + b_h$$

$h_r$  est donnée par :

$$h_r = -\frac{b_h}{a_h} \quad (4.20)$$

où :

$$a_h = \frac{1}{2S_{xy}} \left[ S_{yy} - \delta S_{xx} + \sqrt{(S_{yy} - \delta S_{xx})^2 + 4\delta S_{xy}^2} \right]$$

$$b_h = \overline{F_{exp}} - a_h \overline{h_{exp}}$$

et,

$$h_{fit} = h_{exp} + \frac{a_h}{\delta + a_h} (F_{exp} - b_h - a_h h_{exp})$$

avec :

$$\overline{h_{exp}} = \frac{1}{n} \sum_1^n h_{i exp}$$

$$\overline{F_{exp}} = \frac{1}{n} \sum_1^n F_{i exp}$$

$$S_{xx} = \frac{1}{n-1} \sum_1^n (h_{i exp} - \overline{h_{exp}})^2$$

$$S_{yy} = \frac{1}{n-1} \sum_1^n (F_{i exp} - \overline{F_{exp}})^2$$

$$S_{xy} = \frac{1}{n-1} \sum_1^n (h_{i exp} - \overline{h_{exp}}) (F_{i exp} - \overline{F_{exp}})$$

$\delta$  est le ratio des variances des erreurs liées aux deux variables mesurées. Dans le cas d'une régression orthogonale ces variances sont égales et donc  $\delta = 1$ .

#### Détermination des paramètres $\alpha$ et $m$

La majeure partie de la courbe de décharge (environ 60%) est modélisée par la loi puissance définie précédemment (relation 4.11). Elle peut être réécrite de la manière suivante :

$$\log F = \log \alpha + m \log(h - h_r)$$

En posant :

$$Y = \log F \quad ; \quad X = \log(h - h_r) \quad \text{et} \quad p = \log \alpha ,$$

on retrouve la modélisation d'une droite dont la pente équivaut à la puissance  $m$ .

$$Y = mX + p$$

Par conséquent, la méthode de régression utilisée dans la section précédente permet d'obtenir les paramètres  $m$  et  $p$ . On en déduit le paramètre  $\alpha$  :

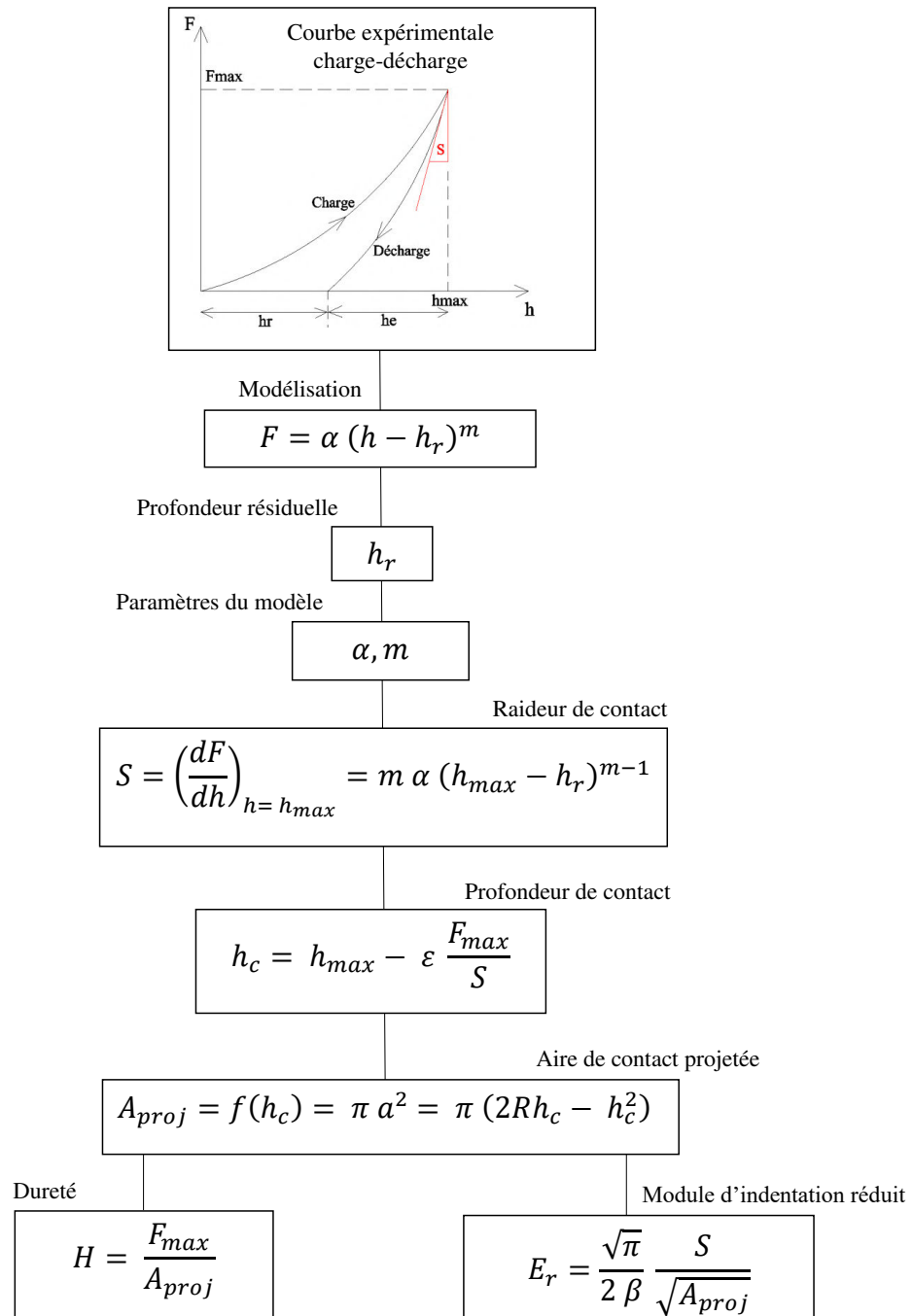


FIGURE 4.17 – Étapes d'obtention des propriétés mécaniques des stratifiés composites en indentation

$$\alpha = e^p$$

Soulignons que le fittage doit être effectué sur des portions bien spécifiques de la courbe de décharge pour deux raisons : pour ne pas prendre en compte la *virgule* qu'on observe souvent en fin de décharge (figure 4.18) correspondant à un artefact de mesure dû à la machine d'une part, et d'autre part pour éliminer les effets possibles dus au fluage à la charge maximale [175].

Les valeurs que nous avons trouvées pour  $m$  et  $\alpha$  sont parfaitement en accord avec la réalité de la littérature, car il a été démontré qu'expérimentalement l'exposant  $m$  n'est pas une valeur constante et que sa valeur doit être théoriquement comprise entre 1 et 2 [175].

### Résultats obtenus

La figure 4.18 montre un exemple d'analyse d'une courbe charge-décharge d'un essai d'indentation avec la méthode d'Oliver et Pharr.

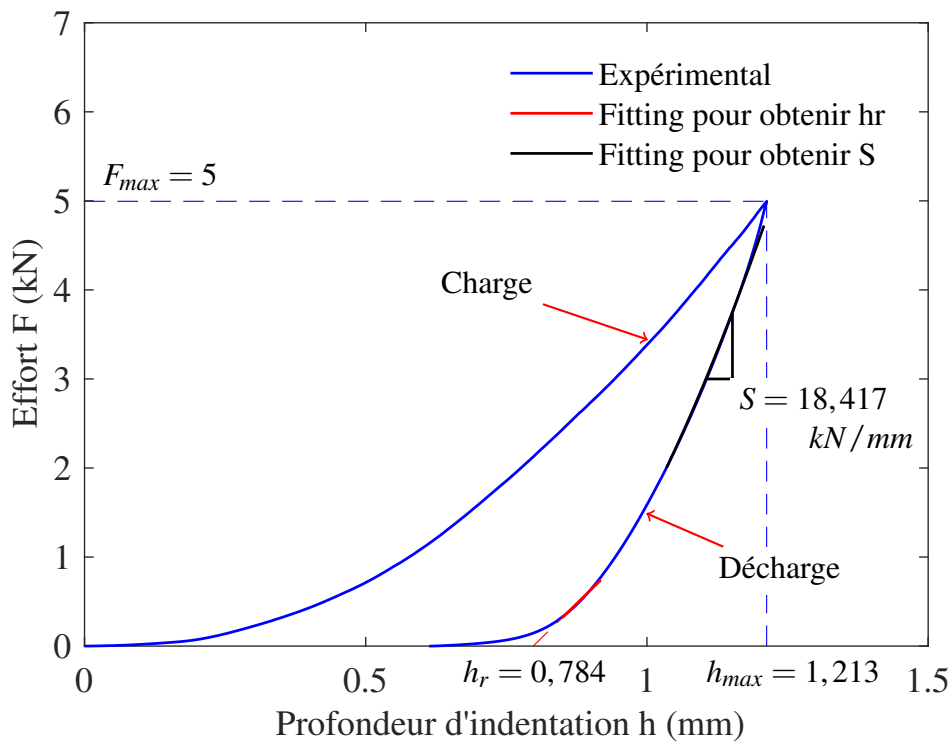


FIGURE 4.18 – Exemple de courbe charge-décharge : méthode d'Oliver et Pharr (essai 1 séquence [LLCC]<sub>s</sub>)

Les résultats obtenus en fonction des différents matériaux sont présentés ci-après. Ces résultats sont la moyenne des cinq essais réalisés par matériau (tableaux 4.7, 4.8, 4.9 et 4.10).

Si  $\frac{h_c}{h_m} > 1$  le matériau est de type pile-up et si  $\frac{h_c}{h_m} < 1$  il est de type sink-in [176], et dans ce dernier cas la méthode d'Oliver et Pharr peut-être appliquée. Dans notre cas, tous les rapports  $\frac{h_c}{h_m}$  sont inférieurs à 1 donc la méthode est fiable pour décrire le comportements des matériaux de notre étude ;

La figure 4.19 montre l'évolution du module d'indentation réduit  $E_r$  et celle de la dureté  $H$  en fonction des deux composites non-hybrides, carbone et lin. On obtient un module de 4,21 GPa et une dureté

Séquence d'empilement	$\alpha$	$m$
[LLLL] <sub>s</sub>	15,90 ± 0,18	1,66 ± 0,02
[CCCC] <sub>s</sub>	19,36 ± 0,38	1,53 ± 0,02

Tableau 4.7 – Valeurs des paramètres du modèle pour les stratifiés non-hybrides

Séquence d'empilement	Maximale $h_{max}$	Résiduelle $h_r$	Contact $h_c$
[LLLL] <sub>s</sub>	1,44 ± 0,06	0,96 ± 0,06	1,21 ± 0,06
[CCCC] <sub>s</sub>	0,71 ± 0,03	0,30 ± 0,03	0,50 ± 0,03

Tableau 4.8 – Valeurs des différentes profondeurs de pénétration (en mm) pour les stratifiés non-hybrides avec  $F_{max} = 5 \text{ kN}$

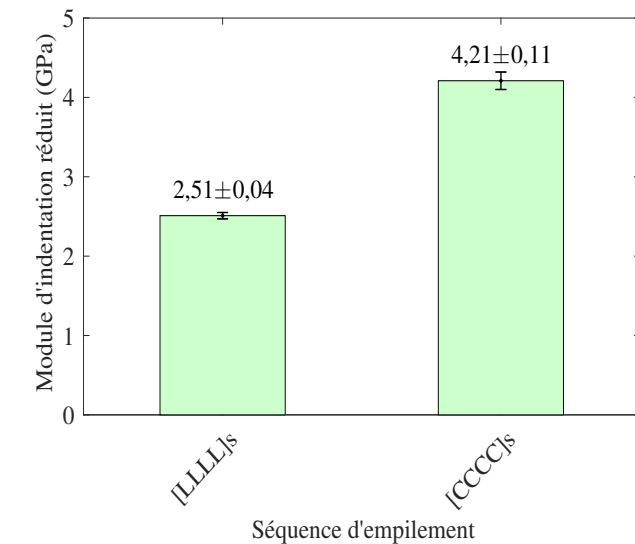
Séquence d'empilement	Aire de contact $A_{proj} (mm^2)$
[LLLL] <sub>s</sub>	33,38 ± 1,48
[CCCC] <sub>s</sub>	15,03 ± 0,90

Tableau 4.9 – Valeurs de l'aire de contact projetée pour les stratifiés non-hybrides

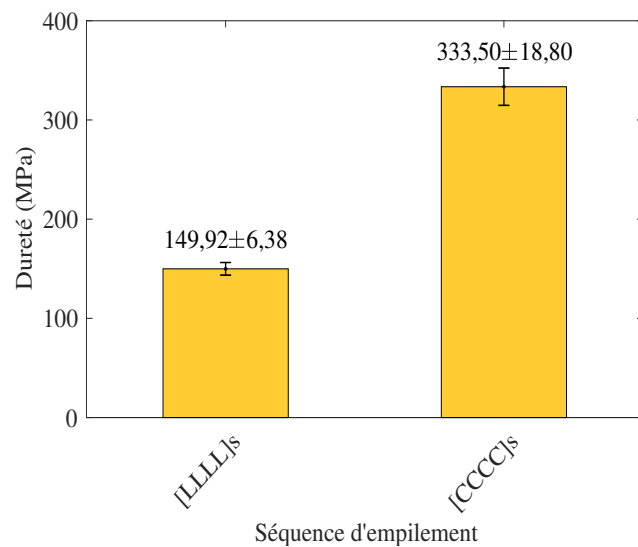
Séquence d'empilement	Raideur de contact $S (kN/mm)$
[LLLL] <sub>s</sub>	16,33 ± 0,17
[CCCC] <sub>s</sub>	18,42 ± 0,27

Tableau 4.10 – Valeurs de la raideur de contact pour les stratifiés non-hybrides

de 333,50 MPa pour le stratifié carbone contre 2,51 GPa et 149,92 MPa pour le stratifié lin; soit une différence de 67,73% et 122,45% respectivement pour le module et la dureté.



(a) Module d'indentation réduit



(b) Dureté

FIGURE 4.19 – Évolutions du module d'indentation réduit et de la dureté en fonction de la séquence d'empilement (séquences non-hybrides)

Plusieurs raisons seront avancées ici pour expliquer cette différence observée entre les propriétés des deux composites : la nature des plis, la qualité de l'adhésion interfaciale et la microstructure.

Il a été montré dans les travaux de Zhao et al. [177] que la dureté dépend de l'adhésion interfaciale. En effet, nous savons que l'interface entre les fibres et la matrice joue un rôle majeur dans les propriétés mécaniques des matériaux composites. En plus d'assurer la non-décohésion entre fibres et matrice, l'interface fibres/matrice permet d'assurer également un bon transfert de charge de la matrice vers les fibres pendant un chargement. Or, nous savons qu'au sein d'un composite, les fibres de lin n'adhèrent pas correctement à la matrice polymère en raison d'une incompatibilité chimique. Cette mauvaise incompatibilité va, contrairement au composite carbone, davantage favoriser le décollement des fibres de



la matrice avec l'augmentation de l'effort d'indentation. Cette dégradation de la cohésion fibres/matrice va permettre une avancée plus rapide de l'indenteur au sein du matériau. C'est ce qui explique la valeur élevée de la profondeur de contact dans le composite lin. Par ailleurs, plusieurs travaux ont démontré que le processus de transfert d'énergie de déformation influence les propriétés d'un composite sollicité en indentation [178]. Un mauvais transfert d'énergie de déformation dû à une interface pauvre explique les mauvaises propriétés mécaniques obtenus pour les composites renforcés par les fibres de lin.

Le mécanisme de délaminage explique également l'écart obtenu entre les propriétés des composites carbone et lin. En effet, l'effort de contact généré par l'indenteur crée une concentration de contraintes aux interfaces entre les plis du stratifié (surtout les plis de différentes propriétés ou natures, de diverses orientations) [179]. Dans le cas d'une indentation sphérique, ces concentrations de contraintes sont responsables de la naissance de délaminages qui diminuent la résistance du matériau. Cette réduction de résistance permet à l'indenteur de pénétrer le matériau. De ce fait, les propriétés obtenues pour le composite carbone sont non seulement dues à une meilleure adhésion fibres matrice mais aussi à une meilleure adhésion entre les différents plis de carbone.

En dehors des propriétés des interfaces fibres/matrice et pli/pli, les propriétés intrinsèques des fibres et de la matrice influencent aussi la résistance à l'indentation d'un composite stratifié. Mais vu que la matrice est la même pour les deux composites, la différence provient essentiellement des propriétés mécaniques des fibres qui les composent. Contrairement au composite lin, le composite carbone affiche de bonnes propriétés d'indentation car les fibres de carbone de par leur rigidité et leur résistance restreignent le déplacement de l'indenteur dans le matériau et limitent voire empêchent la rupture des fibres, donc celle des plis.

Enfin, le dernier élément que nous pouvons citer pour justifier nos résultats est la microstructure des deux matériaux composites. Le composite carbone possède une microstructure plus robuste que celle du composite lin. Tandis que le composite carbone possède un taux de fibres élevé (indicateur d'une bonne résistance mécanique), 55,59%, le composite lin a un taux de fibres relativement faible, 35,07%. D'autre part, le composite carbone contient très peu de porosité (1,16%) alors que le composite lin a un taux porosité élevé (13,01%). Ce taux de porosités élevé couplé avec un taux de fibres relativement faible réduisent nettement la résistance du composite lin face à l'effort d'indentation. Puisque naturellement lorsqu'un indenteur impacte un matériau poreux, la profondeur d'indentation va rapidement augmenter en raison de l'absence ou d'une grande insuffisance de matière (fibres, matrice) pouvant opposer une résistance à l'indenteur.

Il nous semble également intéressant de connaître les plis du stratifié impliqués dans l'indentation après la décharge (déformation plastique). Pour ce faire, la profondeur résiduelle  $h_r$  indiquant le déplacement plastique du matériau est souvent utilisé dans le cadre des matériaux composites [180]. Connaissant donc la profondeur résiduelle de chacun des stratifiés étudiés (tableau 4.8) et l'épaisseur de chaque pli dans le composite, on peut par conséquent isoler les plis qui ont déformé plastiquement. L'épaisseur du pli composite de carbone est de 0,2 mm et celle du lin est de 0,40375 mm. On observe pour le stratifié lin une déformation des trois premiers plis (figure 4.20a) et des deux premiers plis pour le stratifié carbone (figure 4.20b). Par ailleurs, il serait très pertinent de pouvoir comparer ces résultats prédictifs avec des observations de coupes réalisées dans les zones indentées. Cette démarche a été menée mais les résultats n'ont malheureusement pas été concluants. Même après enrobage et polissage, nous n'avons pas réussi à distinguer clairement les plis déformés.

### 4.6.3 Comportement à l'impact (choc Charpy)

#### 4.6.3.1 Capacité d'absorption d'énergie

Les essais de choc Charpy permettent d'obtenir la résilience ou la ténacité du matériau étudié. Cette résilience se déduit à partir de l'énergie absorbée par le matériau, mesurée expérimentalement. L'énergie absorbée rapportée à la section de l'éprouvette donne la résilience du matériau. L'essai de résilience sert

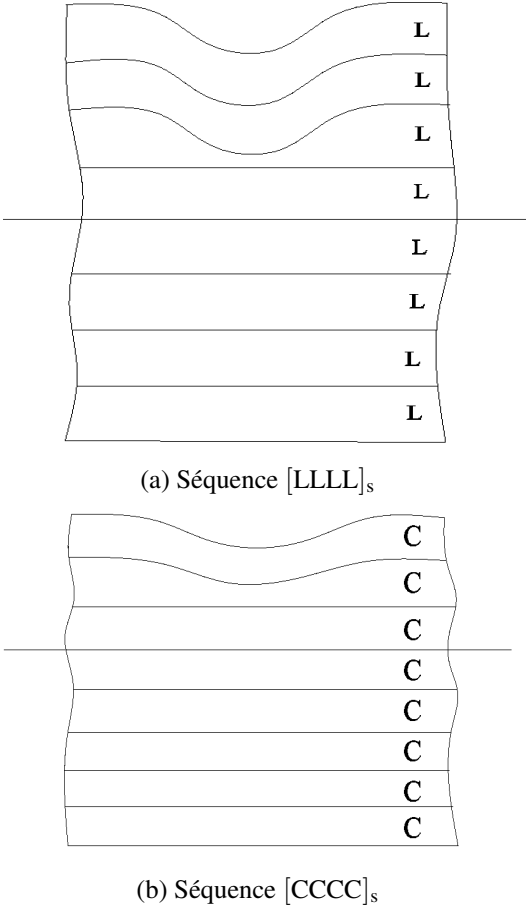


FIGURE 4.20 – Schémas montrant l’endommagement des plis après la décharge pour les stratifiés non-hybrides

à caractériser la résistance du matériau à la propagation de fissure. Plusieurs facteurs peuvent influencer la réponse d'un composite stratifié soumis à un choc : la rigidité et la résistance des fibres, la résistance de la matrice, la séquence d'empilement des couches, l'orientation des fibres, l'épaisseur du stratifié, la vitesse d'impact, les conditions d'appui de l'éprouvette ...

La résilience des stratifiés, notée  $K$ , est donnée par la relation 4.21.

$$K = \frac{W}{S} \quad (4.21)$$

avec :

- $W$  : énergie de l'éprouvette, absorbée par rupture ;
- $S$  : section de l'éprouvette, produit de son épaisseur par sa largeur.

#### 4.6.3.2 Résultats

La figure 4.21 montre les valeurs et l'évolution de la résilience des stratifiés non-hybrides. Pour chacun des stratifiés, la valeur de résilience présentée ici est la moyenne des cinq valeurs correspondant au nombre d'essais réalisés sur chaque séquence d'empilement.

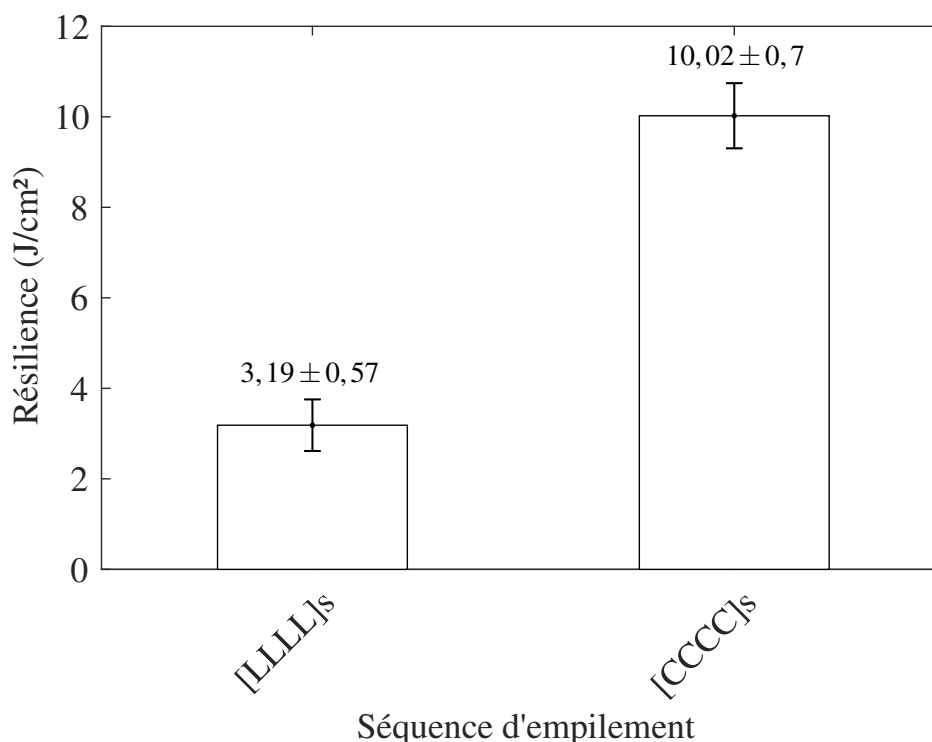


FIGURE 4.21 – Évolution de la résilience des composites lin et carbone

Les résultats montrent que le composite carbone a une grande capacité d'absorption d'énergie comparativement au composite lin. En effet, le composite carbone offre une résilience de 10,02 J/cm<sup>2</sup> qui est supérieure de 214,11% à celle du composite lin (3,19 J/cm<sup>2</sup>). Des résultats similaires ont été trouvés dans la littérature [181–184]. En effet, il a été prouvé dans ces différents travaux que les composites renforcés par des fibres synthétiques (carbone, verre, aramide ...) ont une capacité d'absorption d'énergie lors d'un impact tel qu'un choc (ou une ténacité) supérieure à celle des composites à base de fibres naturelles

(lin, jute, chanvre . . . ). La différence de comportement observée entre les deux types de composite est essentiellement attribuée à la mauvaise résistance de l'adhésion entre les fibres naturelles (lin) et la matrice polymère, comparativement aux fibres synthétiques (carbone) qui ont une meilleure compatibilité avec la matrice. Ces zones de faible adhésion des fibres naturelles avec la matrice favorisent la propagation des fissures responsables de la dégradation de la résistance du composite. Les propriétés mécaniques des fibres telles que le module d'Young et l'allongement à la rupture sont des facteurs importants quant au comportement du composite face à un choc. Les fibres de carbone ont une rigidité plus élevée que celle des fibres de lin. Cette rigidité des fibres permet au composite carbone d'absorber une grande énergie de choc. Par ailleurs, la continuité des fibres synthétiques et leur bon arrangement (alignement et parallélisme) favorisent aussi la résistance des composites renforcés avec ces fibres suite à un impact. En fait, ces caractéristiques géométriques permettent souvent d'éviter un éventuel *pull-out* (retrait ou sortie) précoce des fibres de la matrice [185].

La tolérance aux dommages est le second comportement (en dehors de la capacité d'absorption d'énergie) qu'on peut analyser sur un composite soumis à un choc. On distingue trois principaux modes de déformation de l'éprouvette : sans rupture, rupture partielle, rupture complète. Une rupture partielle des éprouvettes (forme en V) a été observée aussi bien pour le composite carbone que pour le composite lin, comme le montre la figure 4.22. En revanche, une déformation plus prononcée a été observée pour les éprouvettes en lin. La majorité des couches ayant rompu dans le composite lin sont celles qui se trouvent du côté opposé à la face impactée en raison des contraintes de traction subies par ces couches à la suite choc (figure 4.22c, vue de profil). Le mode de déformation de l'éprouvette est contrôlé par le ou les mécanismes de rupture qu'elle a subis. Les mécanismes de rupture les plus rencontrés sont la rupture de la matrice, la rupture des fibres et le délaminage [186]. Dans notre cas un mécanisme de rupture de fibres a été observé. L'apparition de micro-fissures dans la matrice est le premier endommagement qui apparaît dans un composite sollicité au choc [186]. Sa présence engendre principalement la réduction de rigidité de la couche affectée mais pas une rupture sévère du composite. Bien que cette fissuration matricielle ne soit pas le mode de rupture le plus important, elle provoque la rupture des fibres ou le délaminage qui sont les modes de rupture principalement responsables de la perte de rigidité globale du composite. Pour les éprouvettes composites lin, les couches de la face impactée ont déformé sans rompre ni fissurer (figure 4.23b). Par contre pour les éprouvettes carbone, on a pu observer une rupture de fibres traversant toute l'épaisseur du composite. Tous les plis ont été très endommagés, ce qui rend le matériau proche d'une rupture complète; des fissures ont été repérées sur la couche extérieure au point d'impact (figure 4.23a). Cette fissuration sur la couche impactée indique une concentration de contrainte due au caractère fragile des fibres de carbone qui éliminent la distribution des contraintes dues à l'impact [187]; ce qui est le contraire des couches de lin qui possèdent une meilleure tolérance aux dommages à cause de leur flexibilité de pliage [188] afin d'éviter au composite de lin de connaître une rupture complète c'est-à-dire la séparation de l'éprouvette en deux. En résumé, en dépit d'une mauvaise capacité d'absorption d'énergie, le composite stratifié lin affiche une meilleure tolérance aux dommages grâce à une déformation à la rupture de ses fibres plus élevée que celle des fibres de carbone. Les fibres de lin ont une déformation à la rupture supérieure qui est autour de 3% alors que celles des fibres de carbone est de moins de 1% [189].

#### 4.6.4 Propriétés d'amortissement

##### 4.6.4.1 Méthodes de mesure de l'amortissement

L'amortissement mécanique est défini comme le phénomène de dissipation d'énergie dans un matériau. Ce facteur est une caractéristique importante du comportement dynamique du matériau. Cette dissipation d'énergie peut être attribuée à plusieurs phénomènes tels que les frottements internes (frottements dans le matériau), les frottements externes comme la résistance de l'air, les frottements visqueux, etc.

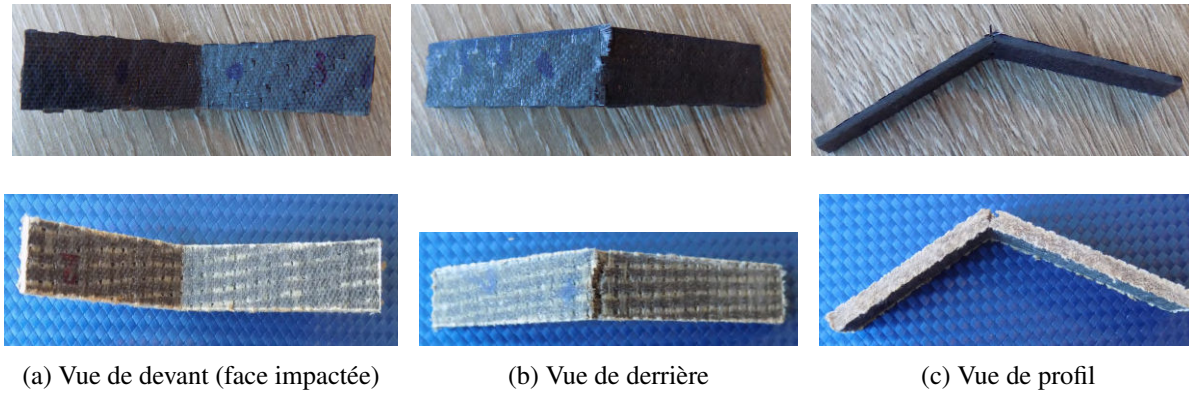


FIGURE 4.22 – Modes de rupture observés après les essais de choc pour les séquences non-hybrides : la première ligne est relative au composite carbone et la seconde au composite lin

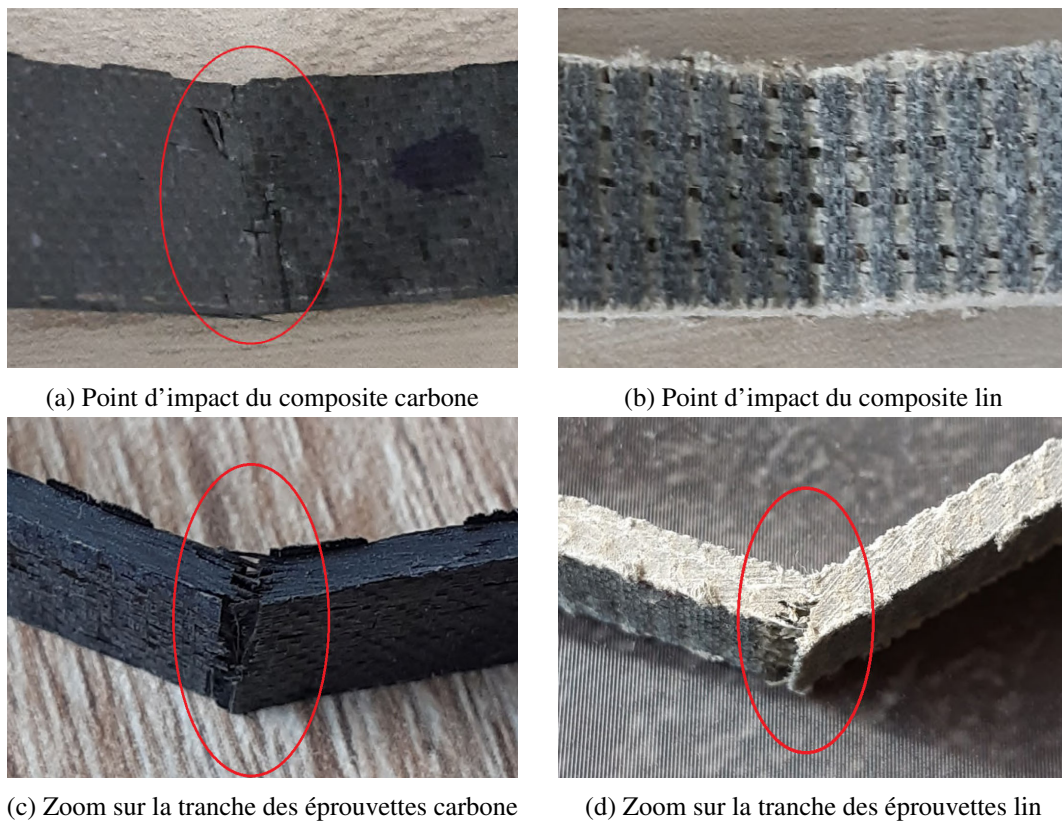


FIGURE 4.23 – Mécanismes d'endommagement des éprouvettes composites carbone et lin

Le facteur de perte ou coefficient d'amortissement, souvent noté  $\eta$ , est le paramètre couramment utilisé pour caractériser l'amortissement d'un matériau. Dans la littérature, il existe plusieurs méthodes d'identification de ce paramètre. Celles qui sont le plus souvent utilisées seront énumérées dans les sections suivantes [54].

— **La méthode -3dB**

Avec cette méthode, il faut se servir de la courbe de la fonction de réponse en fréquence pour déterminer l'amortissement du matériau. En réalité, le facteur de perte est dépendant de la largeur de la bande de fréquence prise à -3dB du pic de fréquence. Le facteur de perte est donné par la relation 4.22 :

$$\eta = \frac{f_2 - f_1}{f_0} \quad (4.22)$$

où  $f_0$  est la fréquence de résonance et,  $f_1$  et  $f_2$  sont les fréquences correspondant aux abscisses des points d'intersection de la droite horizontale  $A_{max} - 3dB$  avec la courbe de la fonction de réponse. La figure 4.26, donnée dans la section 4.6.4.2, illustre parfaitement cette méthode.

— **La méthode du facteur d'amplification**

Ici également, on peut obtenir le facteur de perte connaissant la courbe de réponse en fréquence. En réalité, il se déduit du facteur d'amplification dynamique  $Q$ . Le facteur d'amplification dynamique est exprimé comme suit (relation 4.23) :

$$Q = \sqrt{\frac{1 + \eta^2}{\eta}} \quad (4.23)$$

— **La méthode du décrétement logarithmique**

Cette méthode consiste à mesurer la décroissance logarithmique de la réponse du système dans le domaine temporel (figure 4.24). L'équation 4.24 donne l'expression du décrétement en fonction de l'amortissement.

$$\delta = \frac{1}{m} \ln \frac{x_n}{x_{n+m}} \quad (4.24)$$

avec :

- $\delta$  : le décrétement logarithmique ;
- $n$  : le numéro de pseudo-période choisi ;
- $m$  : le nombre de pseudo-périodes considérées dans le calcul du décrétement.

— **La méthode énergétique**

La méthode énergétique s'appuie sur la quantité d'énergie dissipée dans la structure au cours du mouvement. Dans le cas présent, on considère qu'on peut exprimer en fonction de l'amortissement et de l'énergie emmagasinée de chaque élément de la structure le coefficient d'amortissement d'une structure donnée (relation 4.25).

$$\eta = \frac{\sum_{i=1}^n \eta_i U_i}{\sum_{i=1}^n U_i} \quad (4.25)$$

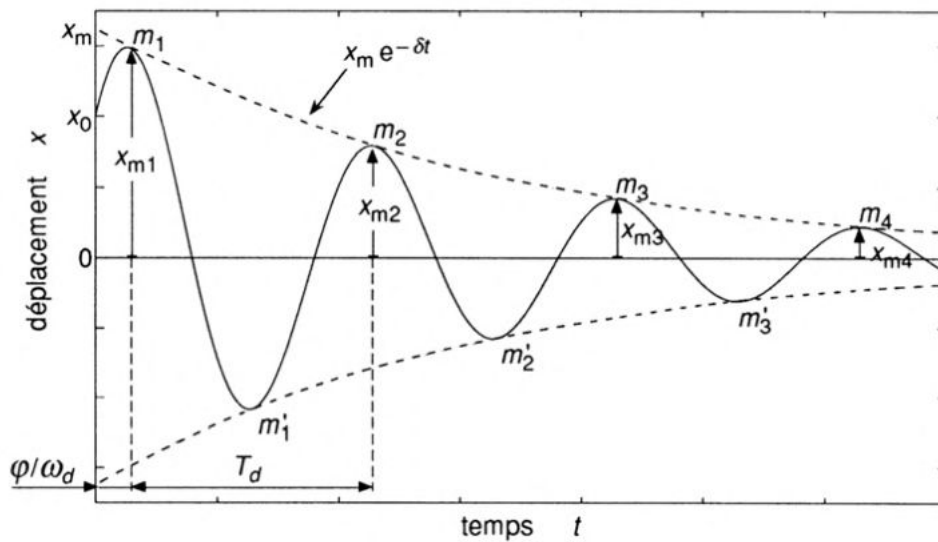


FIGURE 4.24 – Courbe montrant la décroissance de la réponse d’un système pseudopériodique [54]

#### 4.6.4.2 Évaluation des propriétés dynamiques des poutres

L’étude de la réponse du matériau suite à une excitation donnée permet d’analyser expérimentalement son comportement modal. Il est ainsi possible de connaître la réponse vibratoire du matériau en lui appliquant une excitation ponctuelle à l’aide d’un marteau d’impact. Cette analyse modale peut être réalisée en un point ou en plusieurs points de la poutre. On peut aussi déterminer cette réponse vibratoire en faisant un balayage d’une plage de fréquences au travers d’un pot vibrant.

Les caractéristiques dynamiques du matériau sont ensuite déduites de la réponse temporelle du matériau ou à partir d’une fonction de réponse en fréquence.

L’analyse vibratoire expérimentale a été réalisée sur des poutres en configuration encastree-libre. Tous les modes de vibration exploités dans le cadre de cette étude sont des modes de flexion. Une analyse numérique a été réalisée avec un logiciel d’éléments finis pour vérifier effectivement la nature des modes de vibrations (flexion ou torsion), en comparant les valeurs de fréquence obtenues par le calcul avec les valeurs expérimentales.

Pour chacun des stratifiés, quatre tests ont été réalisés dont nous avons récupéré en sortie l’évolution de l’amplitude en fonction de la fréquence. Un exemple de fonction de réponse en fréquence est montrée sur la figure 4.25. Une bonne répétabilité a été observée pour les essais. Le coefficient d’amortissement retenu ici est la moyenne des coefficients calculés pour tous les essais relativement aux premiers modes de vibration.

En raison de sa simplicité, nous avons dans le cadre de ce travail, utilisé la méthode -3dB, pour identifier les coefficients d’amortissement des différents stratifiés en nous basant sur leurs réponses fréquentielles. Les valeurs fréquentielles correspondant aux pics de résonance sont les fréquences propres du matériau. Les coefficients d’amortissement ou facteurs de perte sont obtenus à partir de ces fréquences propres grâce à cette méthode (figure 4.26).

#### 4.6.4.3 Analyse des résultats

La figure 4.27 présente l’évolution du coefficient d’amortissement des composites lin et carbone en fonction de la fréquence. Ce résultat montre une augmentation des coefficients d’amortissement avec la fréquence. De plus, on remarque que les coefficients d’amortissement pour le stratifié lin [LLLL]<sub>s</sub>, sont nettement plus élevés que ceux du stratifié carbone, [CCCC]<sub>s</sub>. Le stratifié lin affiche alors le meilleur

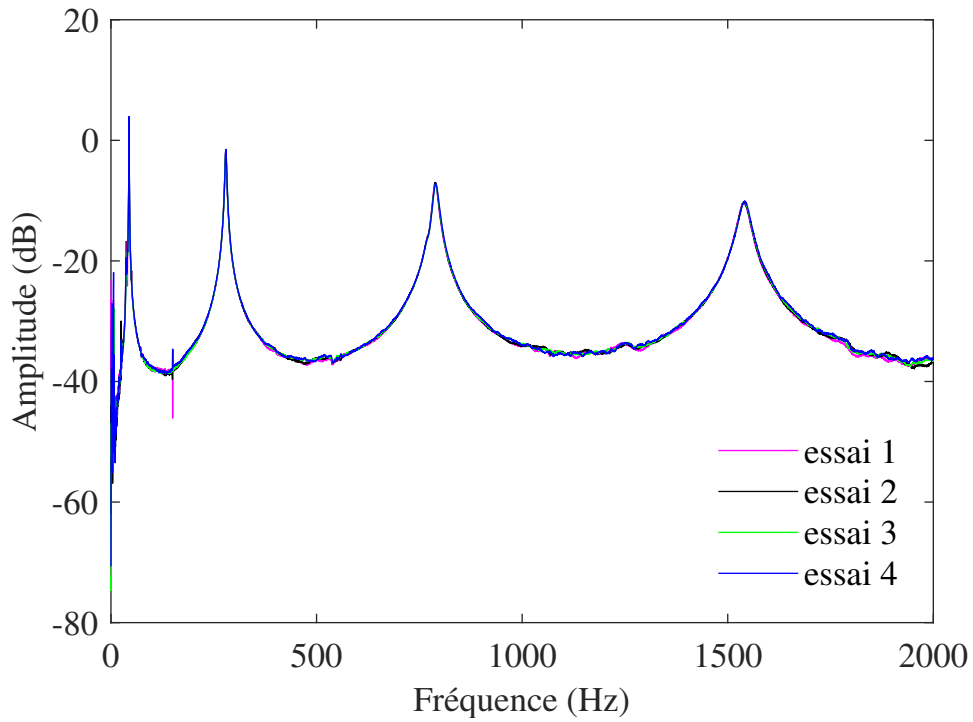


FIGURE 4.25 – Exemple d’une fonction de réponse en fréquence. Bonne répétabilité des essais

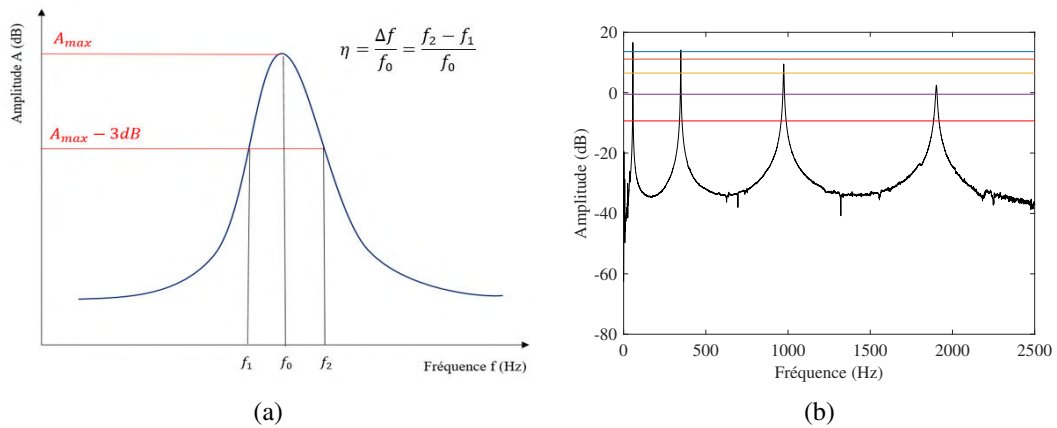


FIGURE 4.26 – Méthode -3dB pour la détermination du coefficient d’amortissement appliquée à un mode propre isolé (a) et à l’ensemble de tous les modes propres (b)



pouvoir amortissant. Ce constat est en adéquation avec plusieurs travaux de la littérature [190–193]. Les écarts observés entre les facteurs de perte entre composite lin et composite carbone peuvent être liés, à différentes échelles, à divers facteurs. Ces facteurs sont le caractère viscoélastique des fibres de lin, l'architecture des fibres de lin, à l'interface entre les fibres ainsi qu'à l'interface fibres/matrice [6, 190–192, 194].

### — À l'échelle de la fibre

Duc et al. [195] ont montré dans leurs travaux que ces différences sont principalement attribuées à la structure morphologique des fibres de lin. En réalité, la structure de la fibre de lin favorise mieux la dissipation d'énergie que celle de la fibre de carbone. Cette dissipation d'énergie s'effectue d'une part par le frottement de la paroi intra-cellulaire entre la cellulose et l'hémicellulose. Ces deux éléments structuraux sont contenus dans la couche S2 de la fibre de lin tel que nous l'avons vu au chapitre 1. D'autre part, la dissipation d'énergie est dû aussi au frottement entre les parois cellulaires.

### — À l'échelle du fil

Les fibres unitaires de lin ne sont pas toutes parfaitement séparées. Ces fibres, dans notre cas, sont assemblées en fils, au sein desquels la résine peut avoir du mal à s'infiltrer durant la mise en œuvre du composite. Ces zones non ou mal imprégnées créent des mécanismes de friction entre les fibres formant le fil.

### — À l'échelle du composite

Le problème d'adhésion entre fibres de lin et la matrice peut favoriser la dissipation d'énergie dans les composites lin. En effet, des frottements peuvent avoir lieu au niveau des microfissures laissées par cette mauvaise adhésion interfaciale. Ce mécanisme contribue à l'amélioration de l'amortissement.

### — L'architecture du tissu de lin

Les paramètres de fabrication des tissus tels que l'angle de torsion des fils et l'ondulation des mèches ont une importante influence sur le mécanisme de dissipation d'énergie à l'intérieur du matériau composite [190]. La torsion des fils du tissu toile et l'ondulation que présentent ses mèches provoquent une baisse de rigidité dans le plan du composite lin comparativement au composite carbone où les tissus ont une structure plus redressée et plate. Une quantité importante d'énergie se dissipe par frottement entre les mèches et les fils du renfort toile. Cette dissipation d'énergie explique l'amélioration de l'amortissement du composite lin.

Le tableau 4.11 montre les valeurs des fréquences et des coefficients d'amortissement associés aux modes de vibration des composite de carbone et de lin. Les fréquences propres du composite lin sont 10,45 à 12 % inférieures à celles du composite carbone. Ce résultat semble logique parce que la fréquence propre est proportionnelle à la rigidité du matériau. Par ailleurs, ses coefficients d'amortissement sont 283,78 % à 490 % supérieurs à ceux du composite carbone.

## 4.6.5 Bilan des séquences non-hybrides

Le bilan des propriétés obtenues pour les composites carbone et lin est présenté sur la figure 4.28. Pour avoir une vue globale sur toutes les facettes du matériau, nous avons rajouté les résultats de la microstructure et de la compaction.

### — Précision sur la compréhension du graphique

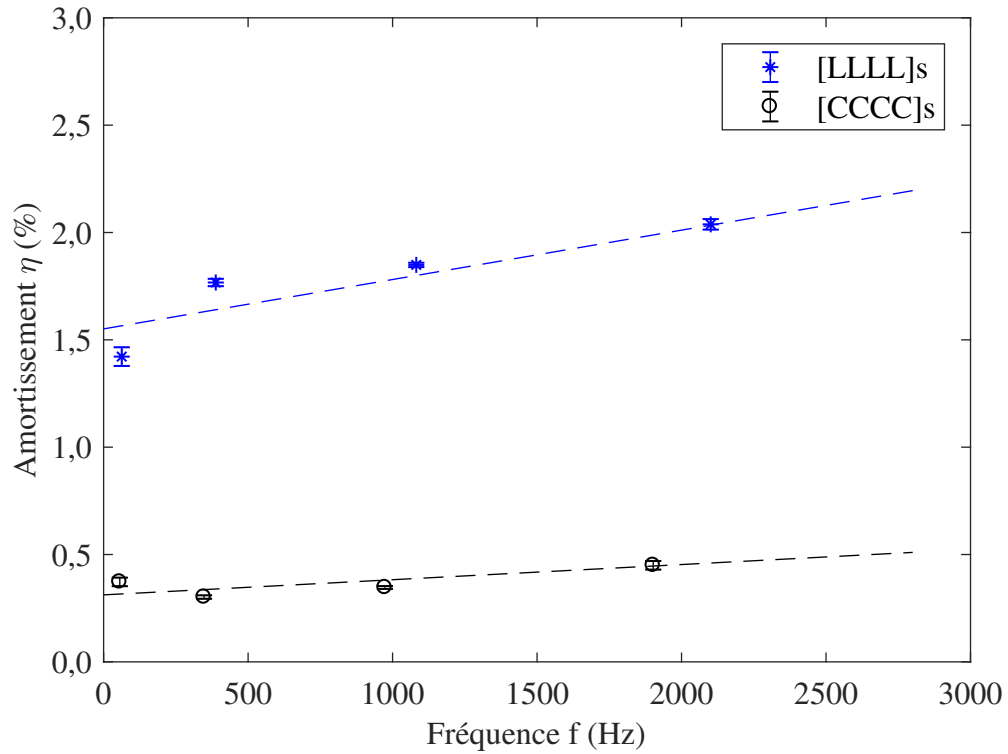


FIGURE 4.27 – Évolution de l’amortissement des composites lin et carbone en fonction de la fréquence

	[LLLL] <sub>s</sub>	[CCCC] <sub>s</sub>
Mode 1	56	62,67
Mode 2	347,58	388,17
Mode 3	973,58	1082
Mode 4	1902	2100,92

(a) Fréquence propre  $f_0$  (Hz)

	[LLLL] <sub>s</sub>	[CCCC] <sub>s</sub>
Mode 1	1,42	0,37
Mode 2	1,77	0,30
Mode 3	1,85	0,35
Mode 4	2,04	0,45

(b) Amortissement  $\eta$  (%)

Tableau 4.11 – Évolution de la fréquence propre (a) et de l’amortissement (b) des composites lin et carbone suivant les 4 premiers modes

Pour des raisons de clarté, nous souhaitons apporter un éclaircissement par rapport à la lecture du graphique. Les propriétés sont normées par rapport à la plus grande valeur obtenue sur une échelle de 0 à 1, du centre vers l'extérieur. Le stratifié qui a la meilleure propriété n'est pas forcément celui qui se trouve à l'extérieur. En effet, pour le taux de porosités du composite, plus nous nous rapprochons de 0 plus nous avons une bonne performance. Pour toutes les autres propriétés, plus on se rapproche de 1 plus le résultat est intéressant.

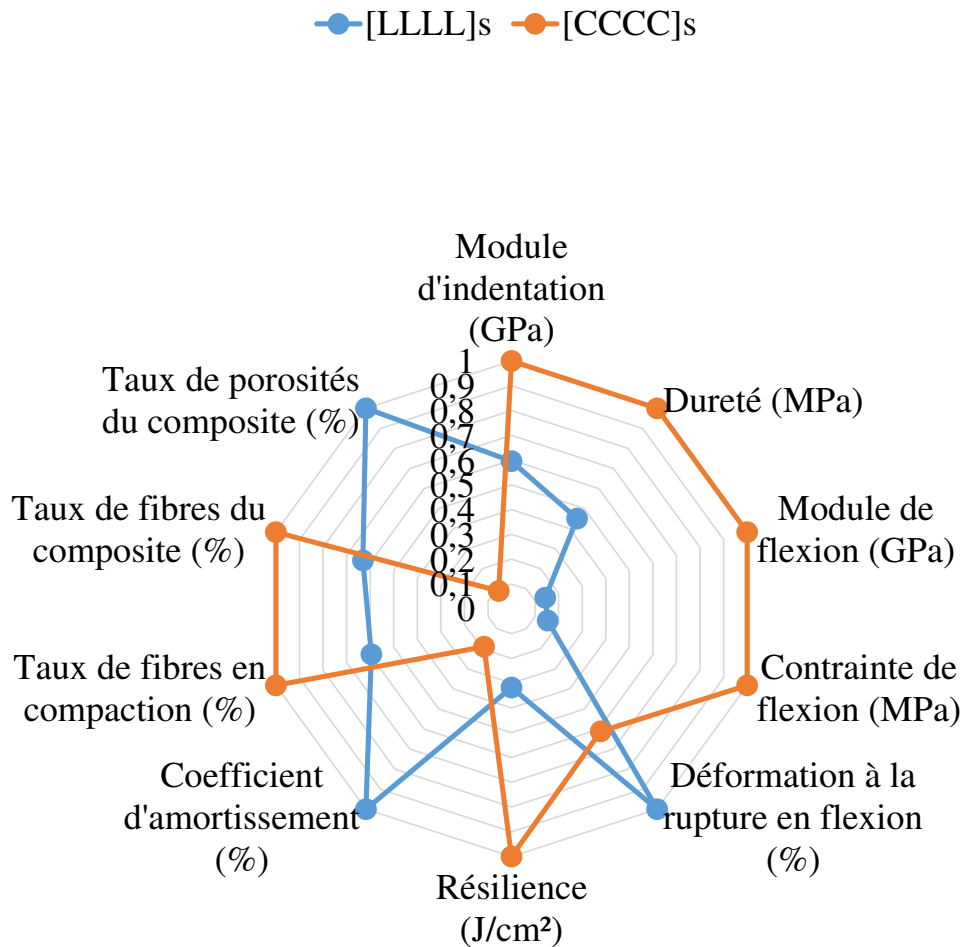


FIGURE 4.28 – Comparaison de toutes les propriétés des composites carbone et lin

Comme nous pouvons donc le constater, en dehors des caractéristiques dynamiques, le composite carbone est plus intéressant que le composite lin, tant au niveau de l'aspect mécanique que de la micro-structure.

La différence de propriétés mécaniques entre les deux composites est attribuée aux résistances et rigidités élevées des fibres de carbone, à leur structure morphologique non poreuse et à leur bonne affinité chimique avec la résine polymère.

Le taux de fibres élevé et le faible taux de porosités du stratifié carbone s'expliquent par une bonne capacité de compaction des couches, une bonne répartition de la résine en leur sein et une bonne adhésion entre les fibres et la matrice.

En revanche, le composite lin en raison d'un excellent pouvoir amortissant des fibres de lin et d'une mauvaise adhésion entre les fibres et la matrice affiche les meilleures propriétés dynamiques. Le com-

posite lin offre également une meilleure tolérance aux dommages quant au comportement en choc parce que les fibres de lin ont la capacité de se déformer avant de rompre.

On voit aisément que les deux composites ont des comportements opposés. Leur hybridation va donc permettre d'obtenir un composite qui tire profit des propriétés de chacun de ces composites.

## 4.7 Caractérisation des séquences hybrides

### 4.7.1 Propriétés en flexion

#### 4.7.1.1 Comportement mécanique

Pour les composites hybrides renforcés par des plis de lin et de carbone, on assiste également à une différence de tendance au niveau des réponses mécaniques en flexion tel que montré sur la figure 4.29.

Le stratifié  $[CCLL]_s$ , où deux couches de carbone sont placées de part et d'autre des couches de lin, montre un comportement quasi linéaire jusqu'à la rupture. Ce résultat est gouverné par le comportement élastique fragile des fibres de carbone.

Les comportements mécaniques des trois autres séquences à savoir  $[CLCL]_s$ ,  $[LCLC]_s$  et  $[LLCC]_s$  sont différents de celui de la séquence  $[CCLL]_s$ . En réalité, la réponse mécanique de ces trois composites est composée d'une phase linéaire suivie d'une phase non-linéaire (marquant une baisse de rigidité) plus ou moins longue suivant les séquences.

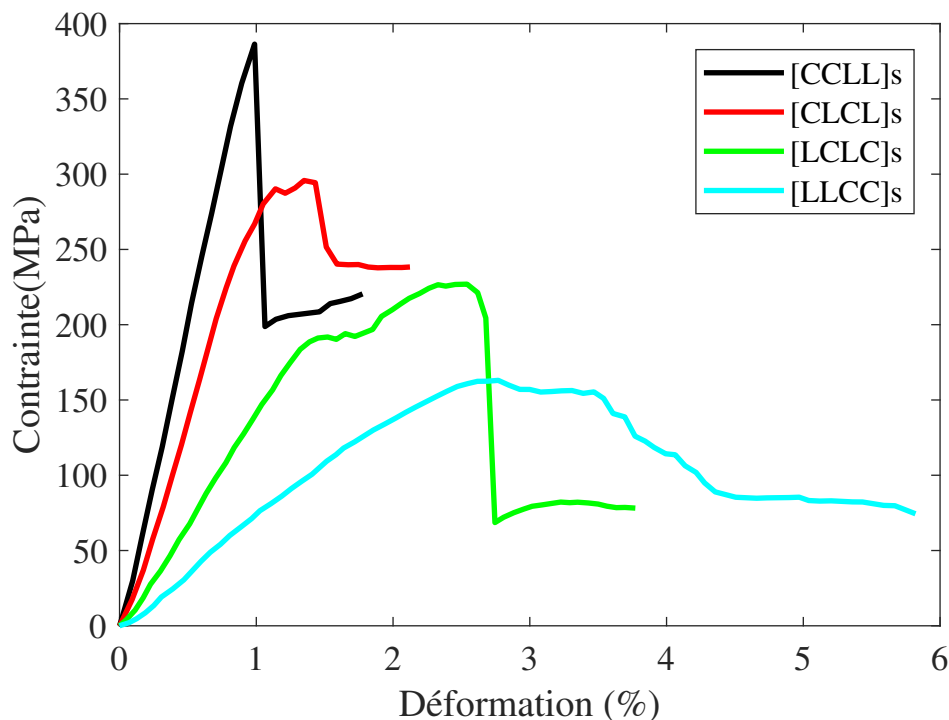


FIGURE 4.29 – Comportement en flexion des composites hybrides : courbe contrainte-déformation

En flexion, la zone la plus sollicitée du matériau est la moitié inférieure de l'éprouvette, c'est-à-dire la partie qui se trouve en-dessous de la fibre neutre. Partant de ce fait, nous allons nous intéresser à la nature et à la position des couches se situant dans cette zone pour mieux expliquer la différence de comportement entre les stratifiés de type hybride.

En analysant à la fois la composition des séquences d'empilement et leurs comportements mécaniques, on s'aperçoit que plus les couches de carbone s'éloignent de la surface inférieure du composite

(sollicitée en traction) plus la pente de la courbe décroît. Les couches de carbone apportent de la rigidité au matériau et donc moins nous en avons à l'extérieur moins le matériau sera rigide. L'écart observé entre les pentes (paramètre caractéristique de la rigidité d'un matériau) est donc lié non seulement au nombre de plis de carbone placés en peau du matériau mais aussi à leur position. Plus il y a de couches de carbone à l'extérieur plus le matériau sera rigide. On peut remarquer cela en comparant les séquences  $[CCLL]_s$  et  $[CLCL]_s$  où dans le premier cas on a mis deux couches à l'extérieur et dans le second une seule couche. Le second est moins rigide que le premier à cause du pli de lin qui vient séparer les deux couches de carbone.

La fibre de lin étant naturellement moins rigide que celle du carbone, la rupture fragile du composite  $[CCLL]_s$  s'explique par le fait qu'aucune des quatre couches de lin se trouvant au cœur du matériau n'a été affectée. On suppose que si c'était le cas la courbe aurait connu une variation de pente avant rupture. La rupture a donc eu lieu dans les plis de carbone. En ce qui concerne les séquences  $[CLCL]_s$ ,  $[LCLC]_s$  et  $[LLCC]_s$ , le changement de comportement (passage à la non-linéarité) que nous avons attribué à une chute de rigidité s'explique par la présence de plis de lin dans le domaine le plus sollicité du matériau. Plus nous mettons de plis de lin à l'extérieur plus nous avons une phase non-linéaire plus marquée.

#### 4.7.1.2 Résistance et rigidité en flexion

Les valeurs des différentes propriétés de flexion des stratifiés hybrides sont présentées sur la figure 4.30.

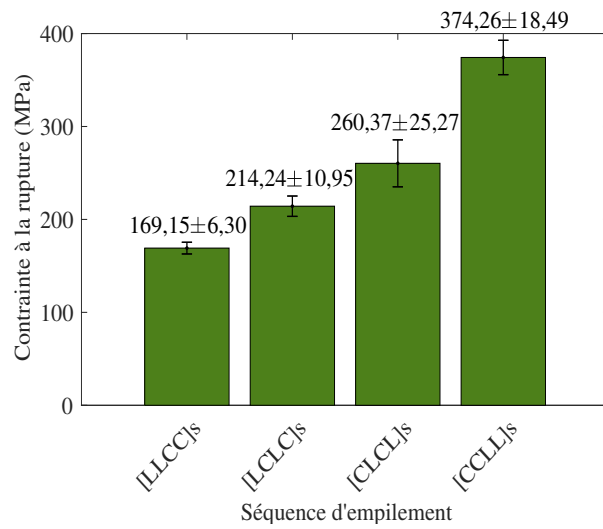
L'hybride  $[CCLL]_s$  est la meilleure séquence d'empilement qui permet d'améliorer les propriétés mécaniques en flexion du composite lin par hybridation. Nous passons de 100 à 374,26 MPa en termes de résistance et de 7,08 à 41,75 GPa en ce qui concerne la rigidité. On retiendra donc que la résistance et la rigidité en flexion sont contrôlées par les couches placées aux extrémités car ce sont elles qui supportent la majeure partie de la charge. Si les renforts les plus résistants et les plus rigides sont placés en peau du composite alors le composite sera résistant et rigide. Le phénomène contraire se produit lorsque l'on place les couches de faibles propriétés mécaniques à l'extérieur. C'est ce que nous observons avec la séquence  $[LLCC]_s$  où les plis de lin sont placés de part et d'autre des plis de carbone. En comparant les séquences  $[CCLL]_s$  et  $[LLCC]_s$  on observe quand même un ratio de 2,21 pour la résistance et de 5,24 pour la rigidité. Le même constat peut être fait si on met les hybrides  $[CLCL]_s$  et  $[LCLC]_s$  en comparaison.

Ce qu'il faut retenir de cette étude est que d'une part, le mélange de plis de lin et de carbone permet d'améliorer de façon significative les caractéristiques mécaniques du composite lin, quelle que soit la séquence d'empilement (on passe de 100,30 MPa pour le composite  $[LLLL]_s$  à en moyenne 254,50 MPa en termes de résistance, soit deux fois plus et de 7,08 GPa à 23 GPa en termes de rigidité, soit plus de trois fois plus). L'apport des couches de carbone renforce les propriétés. D'autre part si l'on place les couches de carbone à l'extérieur, les propriétés sont encore meilleures. Par exemple, par rapport à la séquence complètement en lin, on obtient quasiment quatre fois plus de résistance et six fois plus de rigidité en plaçant toutes les couches de carbone à l'extérieur.

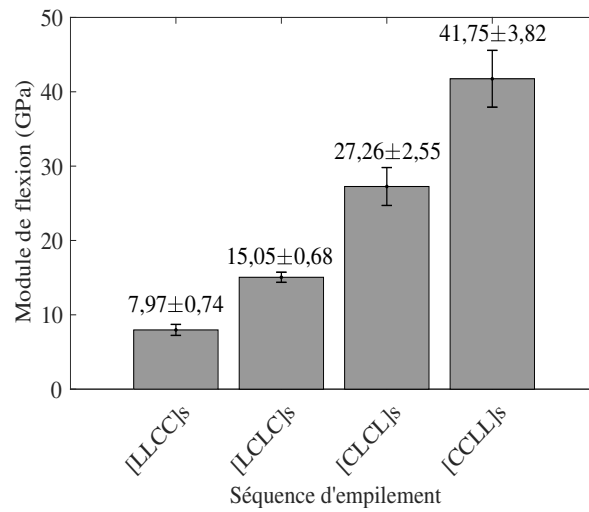
#### 4.7.2 Propriétés en indentation

Comme pour les séquences non-hybrides, nous allons d'abord donner les valeurs des différents paramètres liés à l'identification des propriétés d'indentation des stratifiés hybrides telles que le module d'indentation et la dureté. Les résultats montrant l'évolution de ces propriétés en fonction des différentes séquences d'empilement seront ensuite discutés.

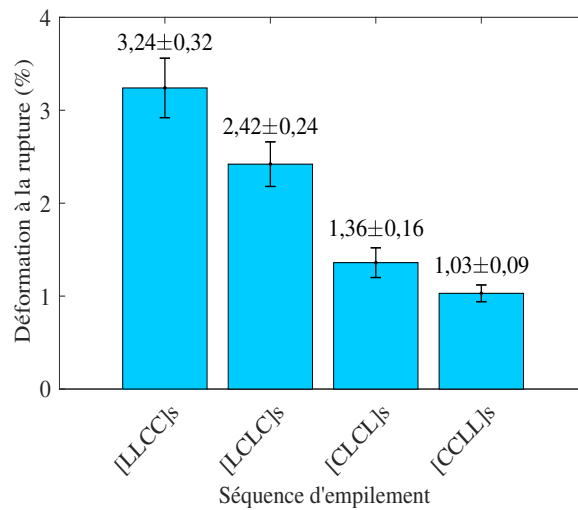
- paramètres  $\alpha$  et  $m$  ;
- profondeurs de pénétration ;
- aire de contact projetée ;
- raideur de contact.



(a) Contrainte de flexion



(b) Module de flexion



(c) Déformation à la rupture

FIGURE 4.30 – Évolution des propriétés mécaniques des composites hybrides carbone/lin

Séquence d'empilement	$\alpha$	$m$
[LLCC] <sub>s</sub>	19,23 ± 0,29	1,61 ± 0,04
[LCLC] <sub>s</sub>	17,94 ± 0,23	1,70 ± 0,03
[CLCL] <sub>s</sub>	18,73 ± 0,29	1,62 ± 0,02
[CCLL] <sub>s</sub>	19,74 ± 0,44	1,63 ± 0,02

Tableau 4.12 – Valeurs des paramètres du modèle pour les stratifiés hybrides

Séquence d'empilement	Maximale $h_{max}$	Résiduelle $h_r$	Contact $h_c$
[LLCC] <sub>s</sub>	1,15 ± 0,06	0,73 ± 0,06	0,95 ± 0,06
[LCLC] <sub>s</sub>	1,30 ± 0,09	0,84 ± 0,09	1,09 ± 0,09
[CLCL] <sub>s</sub>	1,26 ± 0,04	0,83 ± 0,05	1,05 ± 0,05
[CCLL] <sub>s</sub>	1,31 ± 0,07	0,89 ± 0,07	1,11 ± 0,07

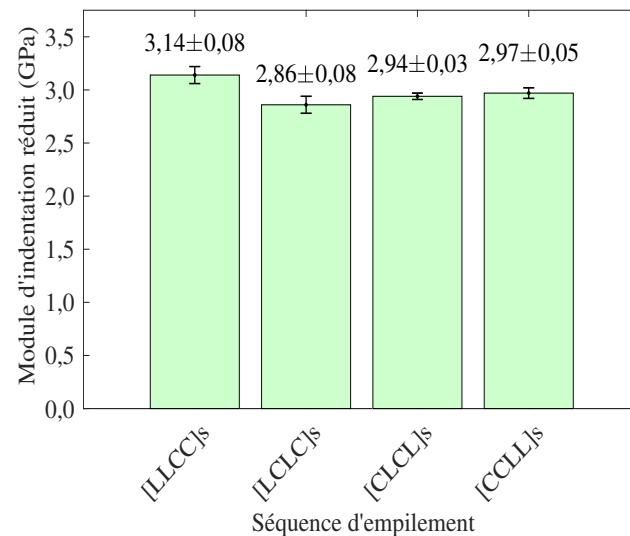
Tableau 4.13 – Valeurs des différentes profondeurs de pénétration (en mm) pour les stratifiés hybrides avec  $F_{max} = 5 \text{ kN}$

Séquence d'empilement	Aire de contact $A_{proj} (mm^2)$
[LLCC] <sub>s</sub>	26,95 ± 1,66
[LCLC] <sub>s</sub>	30,44 ± 2,21
[CLCL] <sub>s</sub>	29,53 ± 1,14
[CCLL] <sub>s</sub>	30,96 ± 1,76

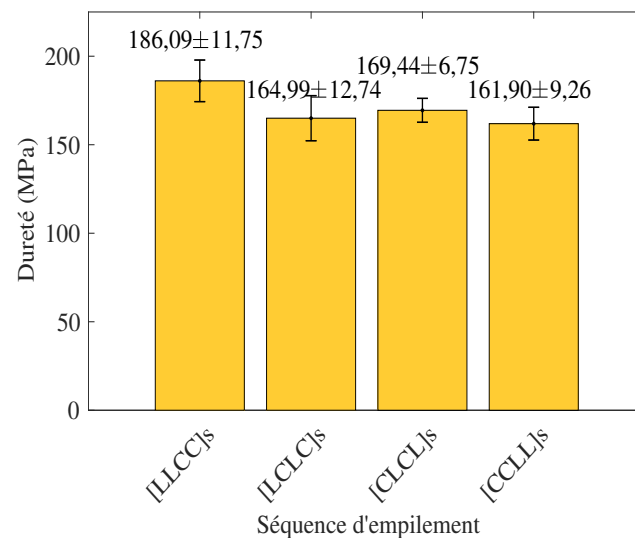
Tableau 4.14 – Valeurs de l'aire de contact projetée pour les stratifiés hybrides

Séquence d'empilement	Raideur de contact $S (kN/mm)$
[LLCC] <sub>s</sub>	18,35 ± 0,23
[LCLC] <sub>s</sub>	17,76 ± 0,18
[CLCL] <sub>s</sub>	18,04 ± 0,20
[CCLL] <sub>s</sub>	18,63 ± 0,27

Tableau 4.15 – Valeurs de la raideur de contact pour les stratifiés hybrides



(a) Module d'indentation réduit



(b) Dureté

FIGURE 4.31 – Évolution du module d'indentation réduit et de la dureté en fonction de la séquence d'empilement (séquences hybrides)



La première observation que nous pouvons faire est que les résultats d'indentation sont influencés par la séquence d'empilement des couches (figure 4.31). Par contre, on n'observe pas une tendance linéaire entre les propriétés obtenues et l'évolution ou l'ordre des couches (de lin ou de carbone) de l'extérieur vers l'intérieur, c'est-à-dire les propriétés mécaniques n'augmentent pas ou ne diminuent pas linéairement lorsque par exemple les couches de lin vont de l'extérieur à l'intérieur du stratifié. Nous avons tracé ici l'évolution du module d'indentation réduit et celle de la dureté en fonction de la séquence d'empilement avec un ordre décroissant des couches de lin de l'extérieur vers l'intérieur ( $[LLCC]_s \rightarrow [LCLC]_s \rightarrow [CLCL]_s \rightarrow [CCLL]_s$ ). On pourra remarquer que le module décroît puis augmente alors que la dureté décroît, croît et décroît à nouveau. En résumé, une tendance générale ne se dégage pas.

Par contre, nous obtenons un résultat intéressant : si toutes les couches de carbone sont placées à l'intérieur, le stratifié affiche les meilleures propriétés (sachant que nous avons utilisé 4 plis de lin et 4 plis de carbone). En effet, les plus grandes valeurs du module et de la dureté sont obtenues pour la séquence  $[LLCC]_s$  avec 3,14 GPa pour le module et 186,09 MPa pour la dureté. Pour les trois autres séquences les valeurs sont comprises entre 2,86 et 2,97 GPa, et, 161,90 et 169,44 MPa respectivement pour le module et la dureté.

L'explication que nous pouvons donner à ce résultat est que les quatre couches de carbone internes de la séquence  $[LLCC]_s$  sont assez résistantes pour permettre à ce stratifié de mieux résister à l'effort d'indentation après qu'il ait perdu la protection extérieure assurée par les couches externes de lin situées sur la face supérieure indentée. Notre analyse est confirmée par la figure 4.32 qui montre les couches qui ont été déformées plastiquement après décharge (résultat obtenu grâce à l'analyse de la profondeur résiduelle  $h_r$  en connaissance de l'épaisseur d'un pli de composite). Pour la séquence  $[LLCC]_s$ , on voit bien que les deux couches de lin de la surface indentée ont subi des déformations plastiques générées par la contrainte d'indentation. En raison de la rigidité et de la résistance des fibres de carbone, et de la qualité des interfaces (fibres/matrice, pli/pli), les 4 couches de carbone internes, formant ainsi un bloc composite solide à l'intérieur du stratifié permet à l'ensemble du matériau de mieux résister à la sollicitation en réduisant non seulement la pénétration de l'indenteur mais également la déformation plastique du matériau. Le composite  $[LLCC]_s$  présente la plus faible profondeur d'indentation maximale (montrant qu'il est globalement plus résistant que les autres),  $h_{max} = 1,15$  mm, et la plus faible profondeur résiduelle (traduisant une faible déformation plastique par rapport aux autres séquences),  $h_r = 0,73$  mm.

### 4.7.3 Comportement à l'impact (choc Charpy)

L'analyse des résultats des composites hybrides montre que les valeurs des énergies de choc sont comprises entre celles du composite carbone et du composite lin. La figure 4.33 montre que l'hybridation des couches de lin avec des couches de carbone permet d'améliorer les capacités d'absorption d'énergie du composite à fibres de lin d'une part, et que la séquence d'empilement a une influence sur cette capacité d'absorption d'énergie d'autre part. Le changement de position des couches de carbone dans les configurations hybrides engendrent des variations dans le comportement au choc. L'énergie d'impact et la tolérance aux dommages dépendent strictement du comportement en impact des fibres de la face impactée [187] en raison de la différence entre les caractéristiques de déformation des fibres de carbone et de lin. Pour des raisons de clarté, nous allons scinder notre analyse en deux parties : celle liée aux stratifiés avec couches de carbone à l'extérieur (premier groupe) et celle relative aux stratifiés avec couches de lin à l'extérieur (second groupe). On remarque que les séquences dont les couches de carbone sont situées à l'extérieur ont une capacité d'absorption d'énergie plus élevée que celle des séquences dont les fibres de lin sont disposées à l'extérieur (figure 4.33).

Pour le premier groupe, les énergies de choc absorbées par les stratifiés sont respectivement de 5,91 J/cm<sup>2</sup> et de 7,34 J/cm<sup>2</sup> pour les séquences  $[CLCL]_s$  et  $[CCLL]_s$ ; ces valeurs sont supérieures à celle du composite lin de plus de 85% et de 130% respectivement. Tandis que pour le deuxième groupe des hybrides, nous avons obtenues des énergies valant 4,25 J/cm<sup>2</sup> et 5,04 J/cm<sup>2</sup> respectivement pour les séquences  $[LCLC]_s$  et  $[LLCC]_s$  soient des augmentations respectives de plus de 33% et de 58% par rapport

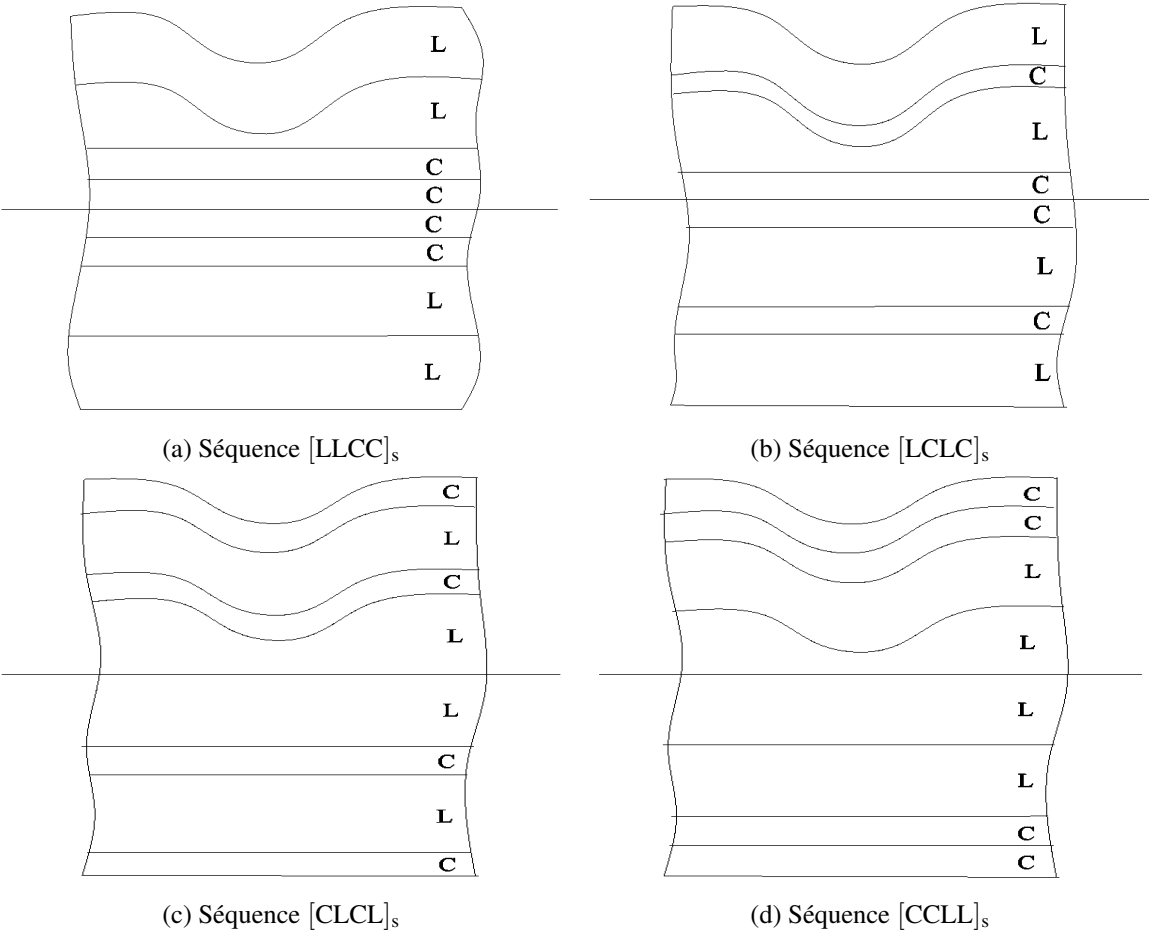


FIGURE 4.32 – Schémas montrant l’endommagement des plis après la décharge pour les stratifiés hybrides

au composite lin. Ce constat montre que le composite hybride qui offre la meilleure capacité d'absorption d'énergie est la séquence [CCLL]<sub>s</sub>. Un écart de 24,20% est obtenu entre l'énergie absorbée par la séquence [CCLL]<sub>s</sub> et celle absorbée par la séquence [CLCL]<sub>s</sub>. Ce qui montre que le nombre de couches de carbone disposées à l'extérieur a une influence significative sur la ténacité du composite hybride. Plus il y a de couches de carbone à l'extérieur plus la capacité d'absorption d'énergie augmente. Inversement, la résilience du composite [LLCC]<sub>s</sub> où deux couches de lin sont placées à l'extérieur est inférieure de 18,59% à celle du composite [LCLC]<sub>s</sub> avec une seule couche de lin à l'extérieur. Plus il y a de couches de lin à l'extérieur plus l'énergie de choc absorbée est moindre. Ces analyses démontrent que la capacité d'absorption est contrôlée par les couches extérieures c'est-à-dire celle qui sont directement impactées par l'impacteur. Les raisons qui expliquent la bonne capacité d'absorption d'énergie des couches de carbone et la moins bonne capacité des couches de lin ont été déjà discutées dans la section 4.6.3, où nous avons analysé le comportement au choc des séquences non-hybrides.

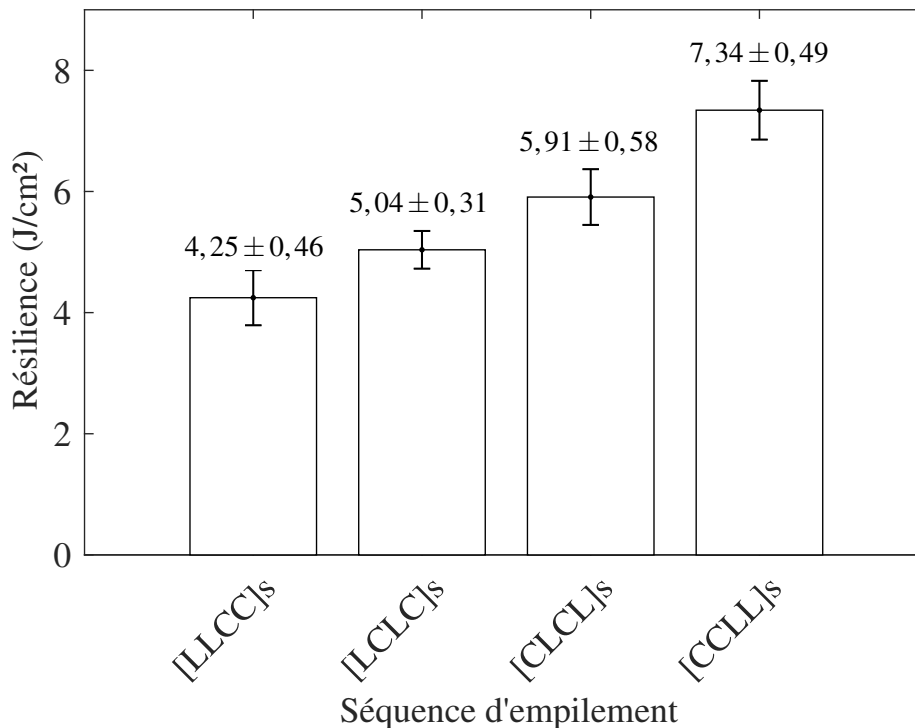


FIGURE 4.33 – Évolution de la résilience des composites hybrides carbone/lin

En ce qui concerne les modes de déformation, toutes les éprouvettes ont déformé en V (figure 4.34). L'observation des éprouvettes après essais a montré un mécanisme de rupture de fibres dans le dos des éprouvettes (face opposée à la face d'impact). Au niveau de la surface impactée, la même remarque faite pour les composites carbone et lin (figures 4.23a et 4.23b) a été faite ici. Lorsque la face impactée est en lin (séquences [LLCC]<sub>s</sub> et [LCLC]<sub>s</sub>), on obtient une déformation sans rupture de fibres. Alors que lorsqu'elle est en carbone ([CCLL]<sub>s</sub> et [CLCL]<sub>s</sub>), une déformation avec quelques fissurations expliquées par des concentrations de contraintes dues au caractère fragile des fibres de carbone est obtenue. Ce constat est en accord avec les travaux de Bozkurt et al. [187] qui ont montré que la tolérance à l'endommagement d'un composite hybride est liée au comportement à l'impact des fibres de la surface sollicitée par le choc. La ductilité des fibres de lin permet au pli de lin sollicité lors du choc de se déformer sans casser.

Afin d'avoir un bon résultat en choc, deux propriétés doivent être réunies : de bonnes propriétés

mécaniques surtout la rigidité, et la capacité de déformation. La première assure une meilleure résistance (absorption de grandes énergies) et la seconde assure une bonne tolérance aux dommages (évite une rupture catastrophique). Le carbone fournit la première propriété mais a l'inconvénient d'être fragile (casse brutalement) alors que le lin malgré sa faible capacité d'absorption d'énergie de choc assure une rupture plus modérée de l'éprouvette. L'hybridation du carbone avec du lin est une bonne alternative pour répondre à ce besoin. Le carbone compense la défaillance du lin (résistance) et le lin apporte plus de souplesse et de déformabilité, donc une meilleure tolérance aux dommages au carbone afin de minimiser son caractère fragile.

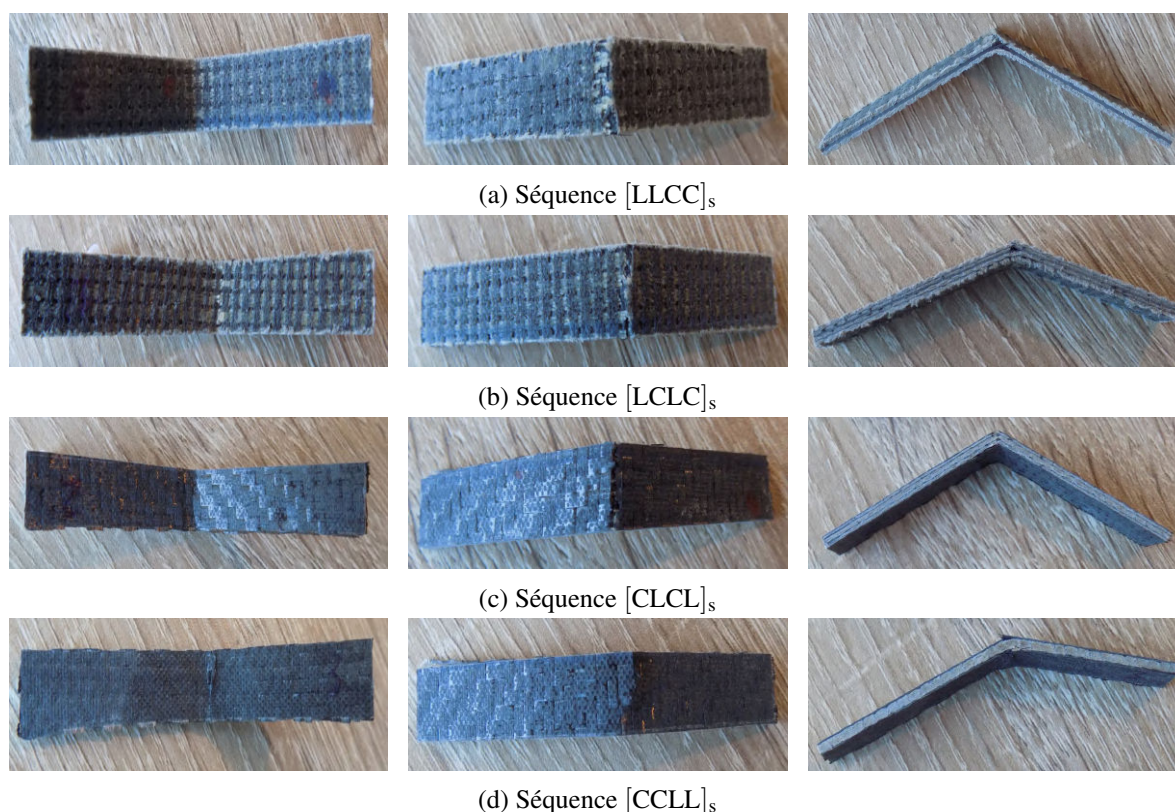


FIGURE 4.34 – Modes de rupture observés après les essais de choc pour les séquences hybrides

#### 4.7.4 Propriétés d'amortissement

L'évolution du coefficient d'amortissement en fonction de la fréquence pour les séquences hybrides est représentée sur la figure 4.35. On peut constater que les composites les plus amortissants sont ceux dont les couches de lin sont placées à l'extérieur, c'est-à-dire les séquences [LCLC]<sub>s</sub> et [LLCC]<sub>s</sub>. En plus, les meilleures propriétés sont obtenues pour la séquence [LLCC]<sub>s</sub> dont les propriétés sont proches de celles du composite lin, [LLLL]<sub>s</sub>. Cela nous amène à conclure que plus nous avons de couches de lin à l'extérieur plus le composite a de meilleures propriétés amortissantes. Les résultats que nous avons obtenus sont parfaitement en adéquation avec ceux de la littérature. Ben Ameer et al. [194] ont étudié l'influence de la séquence d'empilement sur les propriétés amortissantes de composites hybrides symétriques renforcés par six couches unidirectionnels de carbone et de lin. Ils ont trouvé que plus les couches de carbone remontent à l'extérieur du stratifié plus le facteur d'amortissement diminue et inversement ce coefficient augmente avec le nombre de couches de lin à l'extérieur. De plus le meilleur résultat était obtenu avec la séquence nommée [L<sub>2</sub>C]<sub>s</sub> où deux couches de lin ont été disposées de part et d'autre de deux couches de carbone. Par ailleurs, Cheour [54] a montré dans sa thèse que, d'une part, le mélange

de couches de lin et de verre permet d'améliorer l'amortissement de composites renforcés uniquement par des fibres de verre et que, d'autre part, la séquence d'empilement a une influence significative sur cette propriété. Son travail porte sur des renforts quasi-unidirectionnels, lin comme verre. Les résultats montrent que plus le nombre de couches de lin empilées à l'extérieur augmente plus l'amortissement du composite s'améliore. Le meilleur résultat était attribué à la séquence  $[L_3V]_s$  où six couches de lin sont également réparties autour de deux couches de verre.

La différence d'amortissement entre les séquences avec couches de carbone à l'extérieur ( $[CCLL]_s$ ,  $[CLCL]_s$ ) et celles avec couches de lin situées à l'extérieur ( $[LLCC]_s$ ,  $[LCLC]_s$ ) est attribuée à la distribution ou à la répartition des énergies dissipées dans les couches de carbone et de lin. En effet, pour les stratifiés  $[LLCC]_s$  et  $[LCLC]_s$ , l'énergie de déformation emmagasinée est essentiellement dissipée par les couches de lin. Par conséquent le comportement de ces composites se rapproche de celui du composite lin. En revanche, pour les composites  $[CCLL]_s$  et  $[CLCL]_s$ , l'influence des couches de carbone dans la dissipation des énergies de déformation est prédominante. L'amortissement est moindre car il est contrôlé par les couches de carbone dont les fibres n'ont pas de bonnes propriétés dissipatives.

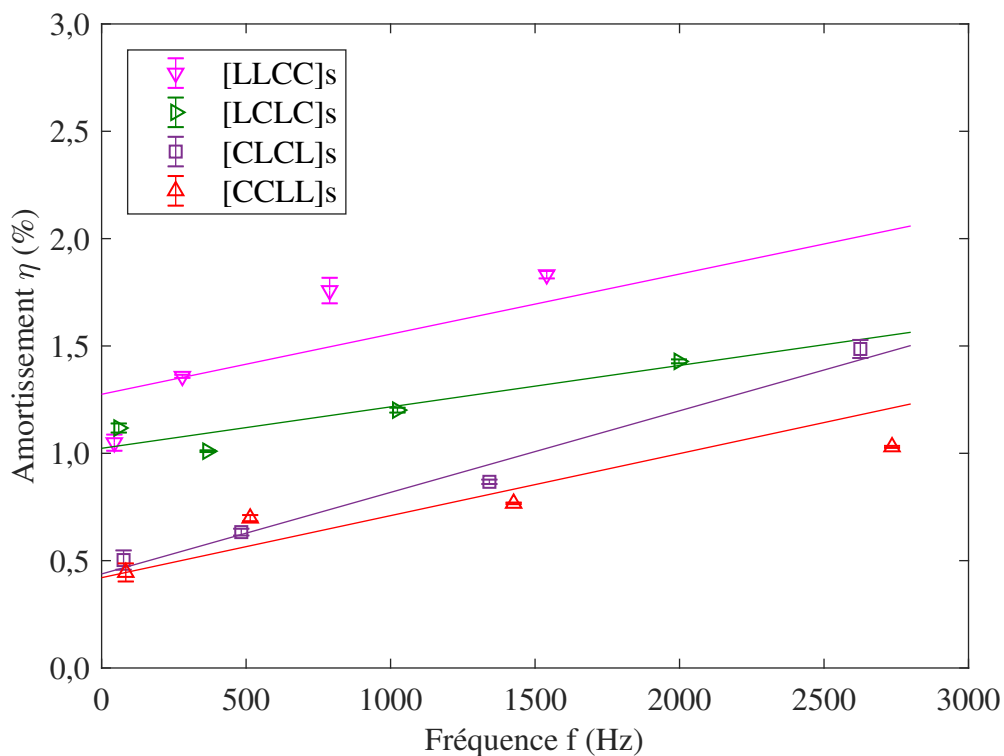


FIGURE 4.35 – Évolution de l'amortissement des composites hybrides carbone/lin en fonction de la fréquence

Le tableau 4.16 indique une tendance similaire à celle des séquences non-hybrides. En effet, on peut remarquer que suivant les modes de vibration les séquences ayant des couches de carbone à l'extérieur ont des valeurs de fréquence propre supérieures à celles des séquences dont des couches de lin sont situées à l'extérieur. Le phénomène inverse s'observe quant aux valeurs des coefficients d'amortissement. Ceci est lié à la rigidité en surface des composites  $[CCLL]_s$  et  $[CLCL]_s$  due à la présence des fibres de carbone rigides. Et plus il y a de plis de carbone vers la surface, plus la valeur de la fréquence est élevée et celle de l'amortissement faible. La séquence  $[LLCC]$  ayant les coefficients d'amortissement les plus élevés et des valeurs de fréquences les plus basses est la plus intéressante en termes de gain de masse.

	[LLCC] <sub>s</sub>	[LCLC] <sub>s</sub>	[CLCL] <sub>s</sub>	[CCLL] <sub>s</sub>
Mode 1	44	59,36	76	83,67
Mode 2	279,42	367,02	483,33	514,16
Mode 3	789,11	1023,79	1341,96	1425,83
Mode 4	1540,33	1998,08	2625,71	2735,40

(a) Fréquence propre  $f_0$  (Hz)

	[LLCC] <sub>s</sub>	[LCLC] <sub>s</sub>	[CLCL] <sub>s</sub>	[CCLL] <sub>s</sub>
Mode 1	1,05	1,12	0,50	0,45
Mode 2	1,36	1,01	0,63	0,70
Mode 3	1,76	1,20	0,87	0,77
Mode 4	1,83	1,43	1,49	1,03

(b) Amortissement  $\eta$  (%)

Tableau 4.16 – Évolution de la fréquence propre (a) et de l'amortissement (b) des composites hybrides suivant les 4 premiers modes

#### 4.7.5 Bilan des séquences hybrides

L'ensemble des propriétés des composites hybrides sont regroupées sur la figure 4.36.

Il est clair que les deux composites qui émergent du lot sont les composites [CCLL]<sub>s</sub> où les couches de carbone sont distribuées de part et d'autre des couches de lin et [LLCC]<sub>s</sub> dont toutes les couches de carbone sont à l'intérieur.

Le composite [CCLL]<sub>s</sub> a la meilleure microstructure ( $V_f \nearrow$ ,  $V_p \searrow$ ). D'abord, le fait de mélanger couches de lin et de carbone permet d'avoir une meilleure compaction de la séquence. En compaction, il prend légèrement le dessus sur les autres séquences hybrides. De plus, les couches de carbone, en les mettant à l'extérieur permettent, en raison de leur aspect architectural et de leur bonne compatibilité avec la résine, de bien drainer et diffuser la résine au sein du composite. Le bon écoulement de la résine va aider à mieux remplir les espaces vides et contribuer à la réduction du taux de porosités du composite. Ce composite a également les meilleures propriétés en flexion et en choc où les couches de carbone extérieures contrôlent le comportement grâce à la rigidité des fibres de carbone et à une bonne interface/matrice.

Quant au composite [LLCC]<sub>s</sub>, il offre les meilleures performances en indentation et en amortissement. En indentation, les couches internes que sont les quatre couches de carbone permettent à ce matériau de résister à la contrainte de l'indenteur après la dégradation des deux couches supérieures de lin qui servent de protection. En ce qui concerne l'amortissement, la performance de ce stratifié est due au pouvoir amortissant des fibres de lin ; car la capacité dissipative d'un stratifié dépend des propriétés des couches externes et ici les couches externes sont des couches de lin. Aussi faut-il ajouter qu'en choc, malgré une moins bonne résilience (par rapport au composite [CCLL]<sub>s</sub>), le stratifié [LLCC]<sub>s</sub> possède une meilleure tolérance aux dommages grâce à la capacité d'élongation des fibres de lin.

#### 4.8 Bilan général

Le but de ce bilan général est de comparer les deux séquences hybrides qui offrent les meilleures performances (suivant le besoin ou le type de sollicitation) avec les composites carbone et lin. Car l'objectif majeur de notre étude est non seulement d'étudier l'influence de l'hybridation de couches/lin et de carbone sur les propriétés des composites lin et carbone seuls mais aussi de dégager la séquence d'em-

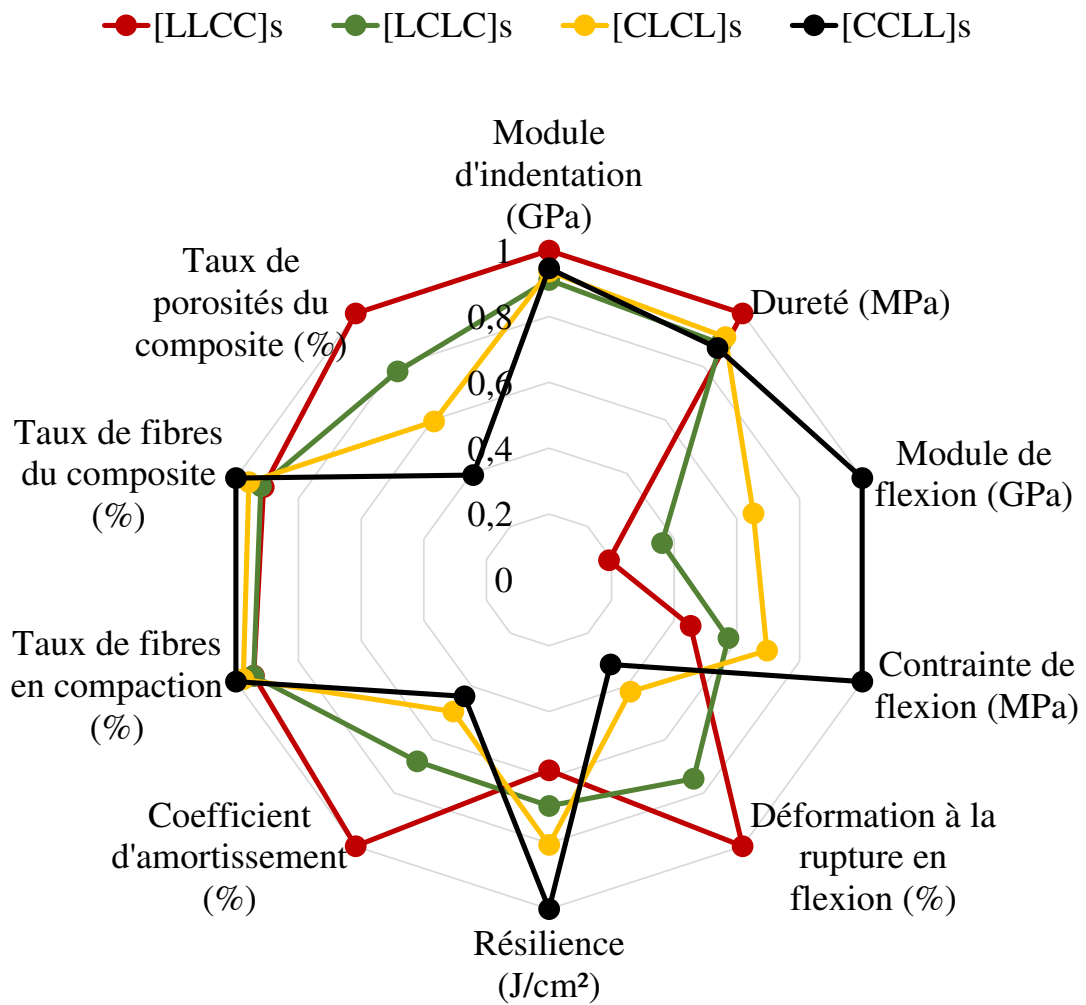


FIGURE 4.36 – Comparaison de toutes les propriétés des séquences hybrides

pilement hybride qui propose la meilleure réponse. Nous avons déjà montré dans la section 4.7.5 que les meilleures séquences hybrides sont les séquences  $[CCLL]_s$  et  $[LLCC]_s$  selon la sollicitation considérée. La figure 4.37 montre la position de ces deux matériaux hybrides par rapport au composite lin et au composite carbone.

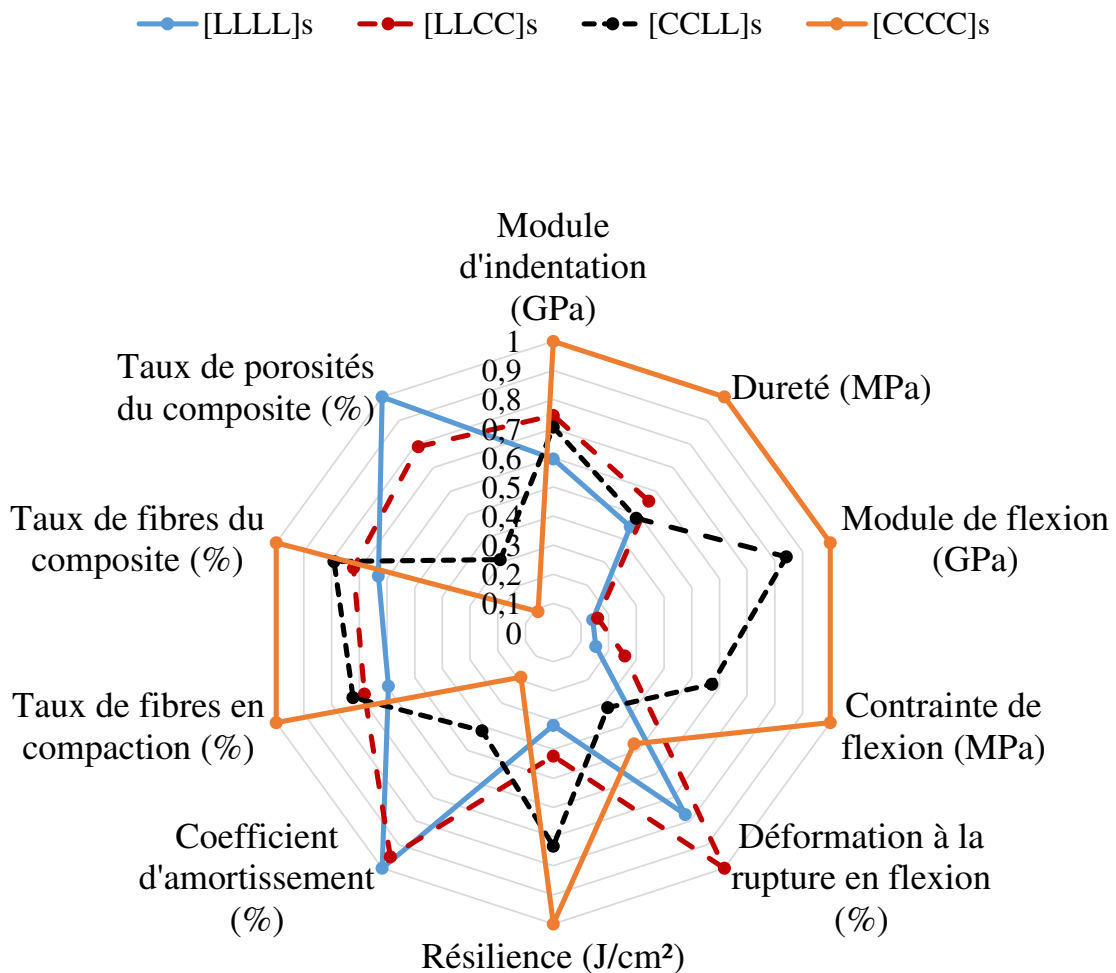


FIGURE 4.37 – Situation des séquences  $[CCLL]_s$  et  $[LLCC]_s$  par rapport aux composites carbone et lin

Ce diagramme indique clairement que le composite lin ( $[LLLL]_s$ ), contrairement au composite carbone ( $[CCCC]_s$ ), présente des lacunes dans les applications suivantes :

- compaction (renfort sec) : faible taux de fibres ;
- microstructure : taux de fibres faible, taux de porosités élevé ;
- indentation : module et dureté faibles ;
- flexion : faibles résistance et rigidité.

Et donc l'hybridation des couches de lin avec des couches de carbone permet de compenser ces lacunes et donc d'améliorer la capacité de compaction, la microstructure et les différentes propriétés mécaniques. La séquence d'empilement hybride qui permet de mieux renforcer les mauvaises propriétés énumérées ci-dessus (à l'exception des propriétés en indentation) est la séquence  $[CCLL]_s$  où les quatre couches de carbone sont également réparties de part et d'autre des quatre couches de lin, comme



le montre la figure 4.37. La présence des couches de carbone à l'extérieur assure de meilleurs rendements. La quantification du gain apporté par cette séquence au composite lin est donnée par le tableau 4.17. Par contre en indentation, c'est la séquence  $[LLCC]_s$  qui apporte une meilleure résistance et une meilleure rigidité au composite lin avec des augmentations respectives de 24,73 % et de 25,10 % (tableau 4.18) dû essentiellement à la présence des quatre couches de carbone internes qui arrivent à supporter le chargement après la perte de résistance des deux plis de lin externes.

	$[LLLL]_s$	$[CCLL]_s$	Gain (%)
<b>Taux de fibres du composite <math>V_f</math> (%)</b>	35,07	43,99	25,43
<b>Taux de porosités du composite <math>V_p</math> (%)</b>	13,01	4,03	-69,02
<b>Taux de fibres en compaction (renforts secs) <math>V_{f\ compaction}</math> (%)</b>	35	42,5	21,43

(a) Propriétés microstructurales

	$[LLLL]_s$	$[CCLL]_s$	Gain (%)
<b>Contrainte de flexion <math>\sigma_f</math> (MPa)</b>	100,30	374,26	273,14
<b>Module de flexion <math>E_f</math> (GPa)</b>	7,08	41,75	489,69
<b>Résilience <math>K</math> (J/cm<sup>2</sup>)</b>	3,19	7,34	130,09

(b) Propriétés mécaniques en flexion et en choc

 Tableau 4.17 – Gain apporté par la séquence d'empilement  $[CCLL]_s$  au composite lin

	$[LLLL]_s$	$[LLCC]_s$	Gain (%)
<b>Module d'indentation <math>E_{ind}</math> (GPa)</b>	2,51	3,14	25,10
<b>Dureté <math>H</math> (MPa)</b>	149,92	186,99	24,73

 Tableau 4.18 – Gain apporté en indentation par la séquence d'empilement  $[LLCC]_s$  au composite lin

Par ailleurs, le diagramme indique également que le composite carbone malgré ses excellentes propriétés microstructurales et mécaniques a aussi des difficultés pour remplir certaines exigences :

- un mauvais amortissement : faible coefficient d'amortissement ;
- une faible déformation à la rupture en flexion et une tolérance aux endommagements à l'impact restreinte dues à son comportement fragile.

Dans ce cas, la séquence d'hybridation qui permet de rattraper ces difficultés est la séquence  $[LLCC]_s$  grâce à l'empilement des couches de lin à l'extérieur du composite. Le lin apporte son pouvoir amortissant et sa ductilité au carbone pour le rendre meilleur d'un point de vue dynamique, déformation et endommagement. Ainsi, par exemple en termes d'amortissement et suivant les modes propres, une amélioration de 183,78% à 402,86% est obtenue en remplaçant deux couches de carbone sur chaque face du composite carbone par deux couches de lin (tableau 4.19a).

## 4.9 Conclusion

Au vu des résultats observés dans ce chapitre dédié à l'étude de l'influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur les propriétés de composites hybrides carbone/lin à travers diverses caractérisations expérimentales, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- le tissu de lin se compacte beaucoup moins que le tissu de carbone ;

	[CCCC] <sub>s</sub>	[LLCC] <sub>s</sub>	Gain (%)
<b>Mode 1</b>	0,37	1,05	183,78
<b>Mode 2</b>	0,30	1,36	353,33
<b>Mode 3</b>	0,35	1,76	402,86
<b>Mode 4</b>	0,45	1,83	306,67

 (a) Propriétés dynamiques (amortissement  $\eta$  (%))

	[CCCC] <sub>s</sub>	[LLCC] <sub>s</sub>	Gain (%)
<b>Déformation à la rupture en flexion <math>\varepsilon_f</math> (%)</b>	1,53	3,24	111,76

(b) Déformation à la rupture en flexion

 Tableau 4.19 – Gain apporté par la séquence d’empilement [LLCC]<sub>s</sub> au composite carbone

- l’hybridation avec le carbone permet d’améliorer le taux de fibres en compaction du lin ; mais la séquence d’empilement n’a pas d’impact majeur sur le résultat ;
- le composite lin est très poreux par rapport au composite carbone ;
- la microstructure dépend de la séquence d’empilement. Plus les couches de carbone sont situées à l’extérieur du stratifié, moins le stratifié est poreux et plus son taux de fibres augmente ;
- le composite carbone possède non seulement les meilleures caractéristiques en termes de microstructure mais aussi le meilleur comportement en flexion, en indentation et à l’impact (choc). Cette tenue mécanique est due aux excellentes propriétés mécaniques (contrainte à la rupture, rigidité) des fibres de carbone et à leur bonne compatibilité avec la matrice polymère. Cependant, il est limité en termes de déformation à la rupture en flexion et de tolérance aux endommagements.
- le composite lin offre en revanche les meilleures propriétés d’amortissement grâce au pouvoir amortissant des fibres de lin en raison de leur structure intrinsèquement poreuse et de porosités dues à la mauvaise adhésion des fibres avec la matrice et à l’architecture du tissu utilisé . Il a aussi la capacité de se déformer avant rupture ;
- la technique d’hybridation des couches de carbone et de lin au sein d’un même stratifié permet d’améliorer considérablement les propriétés des composites lin et de carbone pris séparément ;
- la séquence hybride [CCLL]<sub>s</sub> où deux couches de carbone sont placées sur chaque face du matériau offre le meilleur taux de compaction, le meilleur taux de fibres, le plus faible taux de porosités. Cette séquence est l’empilement hybride qui compense le mieux les difficultés du composite lin en flexion et en choc, grâce à la protection des couches internes en lin par des couches de carbone ;
- la séquence [LLCC]<sub>s</sub> a le plus faible taux en compaction, le plus faible taux de fibre et le plus grand taux de porosités . Elle fournit la meilleure performance en amortissement à cause de la présence des couches de lin à l’extérieur. Elle est également celle qui se déforme le mieux en flexion et donc qui rompt moins vite. La séquence [LLCC]<sub>s</sub> permet donc de rattraper les lacunes du composite carbone ;
- en indentation la meilleure réponse mécanique est assurée par cette même séquence [LLCC]<sub>s</sub> car les quatre couches de carbone empilées au milieu sont assez résistantes pour subir la contrainte due à l’effort d’indentation ;
- la séquence d’empilement hybride à utiliser dépend donc du besoin auquel on veut répondre.

## Chapitre 5

# Influence de la séquence d'empilement sur le comportement en flexion de matériaux composites stratifiés hybrides carbone/lin : rigidité et rupture

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Hypothèses de la théorie classique des stratifiés</b>	<b>159</b>
<b>5.2</b>	<b>Équations de comportement en flexion</b>	<b>159</b>
<b>5.3</b>	<b>Module de flexion théorique d'un stratifié hybride</b>	<b>162</b>
5.3.1	Stratégie de calcul	162
5.3.2	Propriétés mécaniques des fibres de carbone et des fils de lin	162
5.3.3	Propriétés de la matrice	164
5.3.4	Propriétés des couches unidirectionnelles	164
5.3.5	Prise en compte de l'anisotropie	166
5.3.6	Propriétés élastiques des couches tissus	166
5.3.7	Prise en compte de la porosité	170
5.3.8	Détermination des coefficients de rigidité $Q_{ij}$ des couches tissus dans les axes principaux	170
5.3.9	Comportement du stratifié	171
<b>5.4</b>	<b>Application aux hybrides étudiés</b>	<b>172</b>
5.4.1	Calcul des coefficients de rigidité	172
5.4.2	Analyse des résultats	180
5.4.3	Confrontation des résultats théoriques avec les résultats expérimentaux	182
<b>5.5</b>	<b>Scénario de rupture</b>	<b>183</b>
5.5.1	Cas de la flexion 3 points	183
5.5.2	Répartition des contraintes en fonction de la séquence d'empilement	184
5.5.3	Analyse et comparaison	184
<b>5.6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>190</b>

---

L'objet de ce chapitre est d'étudier le comportement en flexion des composites stratifiés hybrides carbone/lin à travers une analyse basée sur la théorie classique des stratifiés (TCS). Le module de flexion sera déterminé par calcul et mis en comparaison avec le module de flexion expérimental. La seconde partie du chapitre sera consacrée à la prédiction du scénario de rupture de ces matériaux en flexion.

Par rapport à la théorie classique des stratifiés, nous n'avons ici repris que les éléments nécessaires à la construction de notre analyse. Pour de plus amples informations sur cette théorie, se référer à [6].

## 5.1 Hypothèses de la théorie classique des stratifiés

La théorie classique des stratifiés (basée sur la théorie classique des plaques) a pour but de fournir un modèle mathématique capable de synthétiser la réponse élastique d'un composite stratifié comme s'il était constitué d'une seule couche équivalente de même épaisseur. Cette théorie est basée sur les hypothèses suivantes [196] :

- plaque d'épaisseur mince : épaisseur très inférieure à la longueur (rapport longueur/épaisseur compris entre 48 et 147 [54]). En conséquence, les contraintes de cisaillement transverse peuvent être négligées ;
- comportement élastique linéaire des couches ;
- adhérence parfaite entre les couches ;
- petits déplacements, déformations et rotations ;
- obéit au modèle cinématique de Kirchhoff. Le modèle de Kirchhoff fait trois hypothèses qui stipulent qu'après déformation, chaque segment droit orthogonal au plan moyen reste :
  - orthogonal à la surface moyenne déformée ;
  - rectiligne ;
  - de même longueur.

## 5.2 Équations de comportement en flexion

On considère une poutre de longueur  $l$ , de largeur  $b$  et d'épaisseur  $h$  (voir figure 5.1). Sa portée est notée  $L$ . La théorie des poutres admet que la longueur  $l$  de la poutre est largement plus grande que sa largeur  $b$ . L'axe  $x$  est choisi suivant la longueur de la poutre.

Une poutre stratifiée symétrique sollicitée en flexion pure a pour équation constitutive la relation 5.1. Elle tire sa source de la relation constitutive d'un composite stratifié dans le cadre général [6].

$$\underbrace{\begin{bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix}}_{M_f(x,y)} = \underbrace{\begin{bmatrix} D_{11} & D_{12} & D_{16} \\ D_{12} & D_{22} & D_{26} \\ D_{16} & D_{26} & D_{66} \end{bmatrix}}_{D_{ij}} \underbrace{\begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix}}_{\kappa(x,y)} \quad (5.1)$$

où :

- $M_f(x,y)$  est la matrice des *moments* de flexion subis par la plaque stratifiée ;
- $D_{ij}$  la matrice de *rigidité* en flexion de la plaque stratifiée ;
- $\kappa(x,y)$  est la matrice des *courbures* de la plaque stratifiée.

$$\kappa(x,y) = \begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -\frac{\partial^2 w_0}{\partial x^2} \\ -\frac{\partial^2 w_0}{\partial x^2} \\ -2\frac{\partial^2 w_0}{\partial x \partial y} \end{bmatrix}$$

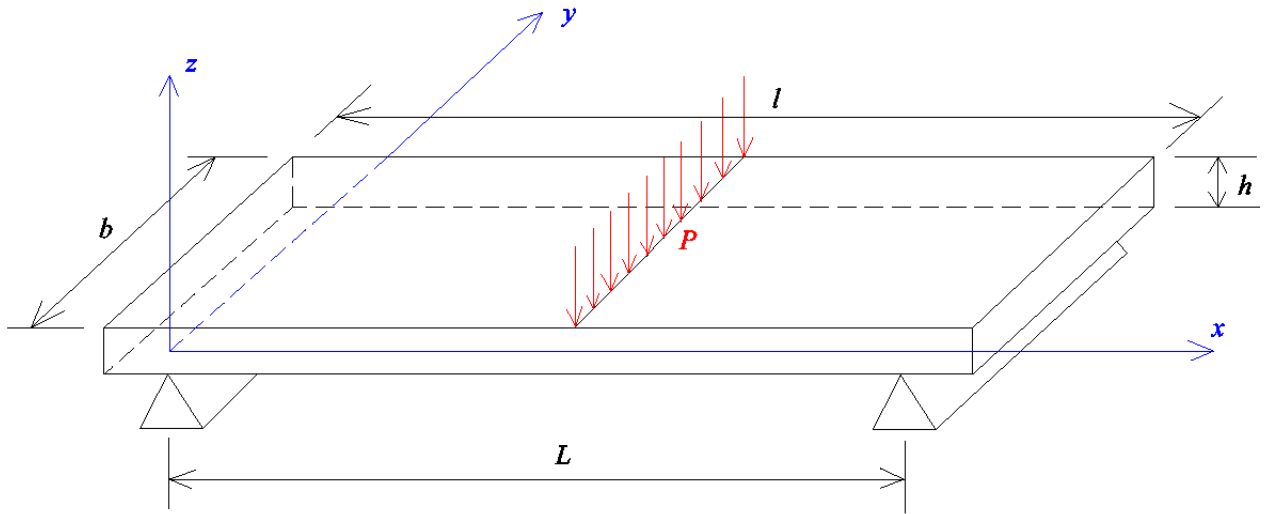


FIGURE 5.1 – Poutre sollicitée en flexion 3 points

$w_0$  est le déplacement transverse du matériau au point  $M_0(x, y, 0)$  considéré comme point de référence.

Par ailleurs, la forme la plus pratique de l'équation constitutive en vue de la détermination des propriétés en flexion du stratifié est la forme inverse. Elle se note :

$$\begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} D_{11}^* & D_{12}^* & D_{16}^* \\ D_{12}^* & D_{22}^* & D_{26}^* \\ D_{16}^* & D_{26}^* & D_{66}^* \end{bmatrix} \begin{bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.2)$$

où  $D_{ij}^*$  sont les coefficients de la matrice  $[D_{ij}^*]$  définie comme la matrice inverse de la matrice de rigidité du stratifié. Ces coefficients sont définis comme suit :

$$D_{11}^* = \frac{1}{\Delta} (D_{22} D_{66} - D_{26}^2)$$

$$D_{12}^* = \frac{1}{\Delta} (D_{16} D_{26} - D_{12} D_{66})$$

$$D_{16}^* = \frac{1}{\Delta} (D_{12} D_{26} - D_{16} D_{22})$$

$$D_{22}^* = \frac{1}{\Delta} (D_{11} D_{66} - D_{16}^2)$$

$$D_{26}^* = \frac{1}{\Delta} (D_{12} D_{16} - D_{26} D_{11})$$

$$D_{66}^* = \frac{1}{\Delta} (D_{11} D_{22} - D_{12}^2)$$

avec  $\Delta$  discriminant de la matrice  $[D_{ij}]$ .

$$\Delta = D_{11} D_{22} D_{66} + 2 D_{12} D_{16} D_{26} - D_{11} D_{26}^2 - D_{22} D_{16}^2 - D_{66} D_{12}^2$$

Dans le cas d'une flexion suivant l'axe  $x$ , la théorie des poutres fait l'hypothèse que :

— les moments de flexion  $M_y$  et de torsion  $M_{xy}$  sont nuls :

$$M_x = 0 \quad \text{et} \quad M_{xy} = 0 ;$$

par conséquent, nous n'avons plus que (selon la relation 5.2) :

$$\kappa_x = -\frac{\partial^2 w_0}{\partial x^2} = D_{11}^* M_x$$

— la flèche est uniquement fonction de  $x$  :

$$w_0 = w_0(x)$$

donc il vient :

$$\frac{d^2 w_0}{dx^2} = -D_{11}^* M_x$$

Cette équation s'écrit usuellement :

$$\frac{d^2 w_0}{dx^2} = -\frac{M}{E_x I} \quad (5.3)$$

où :

–  $E_x$  est le module de flexion de la poutre

$$E_x = \frac{12}{h^3 D_{11}^*}$$

–  $I$  le moment quadratique de la section droite de la poutre par rapport au plan  $(x, y)$

$$I = I_{xy} = \frac{b h^3}{12}$$

–  $M$  le moment de flexion

$$M = b M_x$$

### **Poutre en flexion 3 points**

Dans le cas des tests de flexion 3 points, comme c'est le cas pour notre thèse, certaines hypothèses sont à émettre :

— on ne considérera que la moitié de la poutre en raison de la symétrie du problème. De ce fait, le moment de flexion s'exprime par :

$$M = -\frac{Px}{2}, \quad 0 \leq x \leq \frac{L}{2}$$

où  $P$  = charge totale exercée au milieu de la poutre ;

— pour les appuis simples, pour  $x = 0$ , les conditions aux frontières sont :

$$M = 0 \quad \text{et} \quad w_0 = 0 ;$$

— la symétrie impose que pour  $x = \frac{L}{2}$ ,

$$\frac{dw_0}{dx} = 0$$

Avec prise en compte de toutes ces hypothèses et après intégration de la relation 5.3, la flèche au centre ( $x = \frac{L}{2}$ ) de la poutre notée  $w_c$  s'écrit :

$$w_c = \frac{PL^3}{48b} D_{11}^* \quad (5.4)$$

Connaissant donc cette flèche au centre de la poutre pour une chargée imposée  $P$ , le module de flexion s'écrit au final :

$$E_x = \frac{PL^3}{4bh^3 w_c} \quad (5.5)$$

### 5.3 Module de flexion théorique d'un stratifié hybride

#### 5.3.1 Stratégie de calcul

La stratégie de calcul utilisée pour analyser le comportement en flexion des composites stratifiés est donnée par la figure 5.2. La finalité est l'obtention par calcul du module de flexion de chaque stratifié et de le mettre en comparaison avec le module obtenu expérimentalement. Les détails de cette stratégie seront donnés dans les sections suivantes.

#### 5.3.2 Propriétés mécaniques des fibres de carbone et des fils de lin

Les valeurs des propriétés mécaniques des fils des deux directions (chaîne et trame) du tissu toile de lin ont été prises dans la thèse de Meriem Ferhi [197]. En effet, non seulement elle a travaillé sur exactement les mêmes matériaux que moi mais aussi nous avons eu à partager le même laboratoire. Elle a réalisé des essais de traction sur les fils de lin de chaque direction (trame et chaîne) afin de déterminer leurs propriétés.

Quant aux fibres de carbone, les valeurs des propriétés mécaniques proviennent de la littérature [88, 198–201].

Ces différentes propriétés peuvent être retrouvées dans les tableaux 5.1 et 5.2. Soulignons que les modules de cisaillement  $G$  ont été déduits de la relation d'élasticité donnée par l'équation 5.6.

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (5.6)$$

Propriétés	$E_{L_{fil}}$ (MPa)	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\epsilon_{max}$ (%)	$\nu_{LT_{fil}}$
Sens chaîne	$27,5 \pm 4,6$	$700 \pm 38$	$3,17 \pm 0,52$	0,459 [202]
Sens trame	$31,47 \pm 5,7$	$1136 \pm 72$	$3,48 \pm 0,4$	-

Tableau 5.1 – Propriétés des fils du tissu toile de lin [197]

Propriétés	$E_{L_f}$ (MPa)	$E_{T_f}$ (MPa)	$\nu_{LT_f}$
Valeurs	230	15	0,25

Tableau 5.2 – Propriétés des fibres de carbone [88, 198–201]

Contrairement au tissu de lin où on note une différence de propriétés entre les fils du sens chaîne et ceux du sens trame, les fibres du tissu de carbone sont identiques dans les deux sens.

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

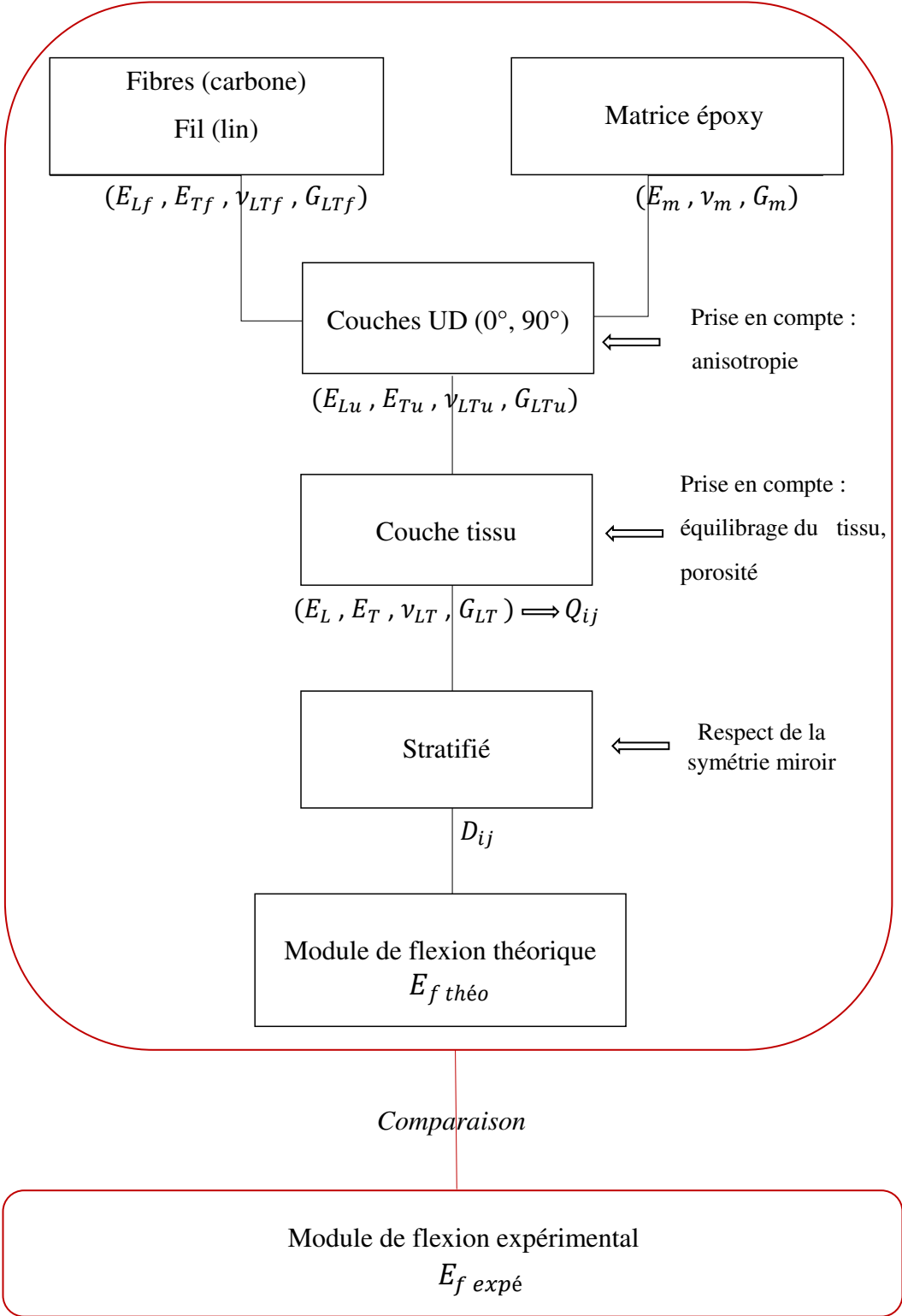


FIGURE 5.2 – Stratégie de calcul du module de flexion théorique



### 5.3.3 Propriétés de la matrice

Des essais de traction menés sur des éprouvettes uniquement en matrice époxy ont permis d'obtenir les propriétés mécaniques de la matrice utilisée pour fabriquer les composites (tableau 5.3) [197].

Propriétés	$E_m$ (MPa)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	$\epsilon_{rupture}$ (%)	$\nu_m$
Valeurs	$2,4 \pm 0,17$	$59,9 \pm 7,22$	$3,8 \pm 1,35$	0,35 [200, 203, 204]

Tableau 5.3 – Propriétés de la matrice époxy [197]

### 5.3.4 Propriétés des couches unidirectionnelles

Un stratifié n'est rien d'autre qu'une superposition de couches. Dans notre cas, les couches sont des couches tissus. Afin de déterminer les propriétés de ces couches, nous considérons qu'elles sont constituées de deux couches unidirectionnelles : une couche chaîne orientée à  $0^\circ$  et une couche trame orientée à  $90^\circ$ . Ainsi, les propriétés de la couche tissu seront déduites de celles des deux couches UD qui la composent.

Avant de continuer, retenons qu'ici il s'agit bien de couches composites (renfort + matrice) et non de couches sèches non imprégnées.

La loi des mélanges nous permet d'avoir les propriétés élastiques des couches unidirectionnelles. Il s'agit, pour chacune des couches UD (direction  $0^\circ$  ou chaîne, et, direction  $90^\circ$  ou trame) des modules d'Young longitudinal et transversal, du coefficient de Poisson longitudinal et du module de cisaillement longitudinal. Ces propriétés sont aussi connues sous le nom de modules de l'ingénieur. Leurs expressions sont données dans les lignes suivantes.

Cependant, rappelons avant de poursuivre que les couches de lin sont faites de mèches de fil tandis que celles de carbone sont en mèches de fibre.

#### a) Module d'Young longitudinal $E_{Lu}$

– couche UD lin :

$$E_{Lu}^{lin} = E_{Lfil} V_{fil} + E_m (1 - V_{fil}) \quad (5.7)$$

$E_{Lfil}$  est le module d'Young longitudinal du fil de lin ;

$V_{fil}$  est le taux volumique des fils de lin ;

$E_m$  est le module d'Young de la matrice ;

– couche UD carbone :

$$E_{Lu}^{carbone} = E_{Lf} V_f + E_m (1 - V_f) \quad (5.8)$$

$E_{Lf}$  est le module d'Young longitudinal de la fibre de carbone ;

$V_f$  est le taux volumique de fibres de carbone ;

#### b) Module d'Young transversal $E_{Tu}$

Le module d'Young transversal, de manière générale, se déduit de la relation 5.9.

$$\frac{E_T}{E_m} = \frac{1}{1 + \left(\frac{E_m}{E_f} - 1\right) V_f} \quad (5.9)$$

– couche UD lin :

$$E_{Tu}^{lin} = \frac{E_m}{1 + \left(\frac{E_m}{E_{Tfil}} - 1\right) V_{fil}} \quad (5.10)$$

$E_{Tfil}$  est le module d'Young transversal du fil de lin ;

– couche UD carbone :

$$E_{Tu}^{carbone} = \frac{E_m}{1 + \left(\frac{E_m}{E_{Tf}} - 1\right) V_f} \quad (5.11)$$

$E_{Tf}$  est le module d'Young transversal de la fibre de carbone ;

c) Coefficient de Poisson  $\nu_{LTu}$

– couche UD lin :

$$\nu_{LTu}^{lin} = \nu_{LTfil} V_f + \nu_m (1 - V_{fil}) \quad (5.12)$$

$\nu_{LTfil}$  est le coefficient de Poisson du fil de lin ;

$\nu_m$  est le coefficient de Poisson de la matrice ;

– couche UD carbone :

$$\nu_{LTu}^{carbone} = \nu_{LTf} V_f + \nu_m (1 - V_f) \quad (5.13)$$

$\nu_{LTf}$  est le coefficient de Poisson de la fibre de carbone.

d) Module de cisaillement  $G_{LTu}$

Le module de cisaillement longitudinal est déduit de la relation 5.14.

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{V_f}{G_f} + \frac{1 - V_f}{G_m} \quad (5.14)$$

– couche UD lin :

$$G_{LTu}^{lin} = \frac{G_m}{1 + \left(\frac{G_m}{G_{LTfil}} - 1\right) V_{fil}} \quad (5.15)$$

$G_{LTfil}$  est le module de cisaillement du fil de lin ;

$G_m$  est le module de cisaillement de la matrice ;

– couche UD carbone :

$$G_{LTu}^{carbone} = \frac{G_m}{1 + \left( \frac{G_m}{G_{LTf}} - 1 \right) V_f} \quad (5.16)$$

$G_{LTf}$  est le module de cisaillement de la fibre de carbone.

La démarche précédente doit être appliquée à chacune des couches UD du tissu (en chaîne et en trame).

### 5.3.5 Prise en compte de l'anisotropie

Les couches unidirectionnelles (naturelles ou synthétiques) faites de fils ou de fibres ont un comportement élastique isotrope. Même si notre analyse est fondée sur cette base, il faudra reconnaître que ces fils ou fibres n'ont pas les mêmes propriétés dans le sens longitudinal que dans le sens transversal. En général, les propriétés dans le sens longitudinal sont plus élevées que celles du sens transversal. Ceci est dû à une anisotropie de ces fils et fibres dont il faudra tenir compte dans les calculs.

Tenir compte de cette anisotropie revient à multiplier le module d'Young longitudinal du fil  $E_{Lfil}$  (ou de la fibre  $E_{Lf}$ ) qui a été mesuré par un coefficient d'anisotropie  $k_E$  qui n'est autre que le rapport entre le module d'Young longitudinal du fil et son module d'Young transversal. Ainsi, il suffit simplement de remplacer le paramètre  $E_{Tfil}$  (et  $E_{Tf}$ ) dans le développement des propriétés de la couche UD (loi des mélanges, section précédente) par  $k_{Efil} \times E_{Lfil}$  (et  $k_{Ef} \times E_{Lf}$ ). Soit :

— pour les fils de lin :

$$E_{Tfil} = k_{Efil} \cdot E_{Lfil} \quad (5.17)$$

— pour les fibres de carbone :

$$E_{Tf} = k_{Ef} \cdot E_{Lf} \quad (5.18)$$

Les valeurs du ratio d'anisotropie pour les fibres de lin nous sont fournies par quelques travaux retrouvés dans la littérature (tableau 5.4). Dans notre travail, nous avons pris  $\frac{1}{7}$  comme valeur de  $k_{Efil}$ .

En ce qui concerne le carbone, selon les valeurs données par le tableau 5.2, un ratio d'anisotropie d'environ  $\frac{1}{15}$  s'observe entre le module d'Young longitudinal et le module d'Young transversal de la fibre de carbone.

Coefficient d'anisotropie $k_{Efil}$	Référence
$\frac{1}{7}$	[205]
$[\frac{1}{6} ; \frac{1}{8,5}]$	[40]

Tableau 5.4 – Coefficient d'anisotropie  $k_E$  des fibres de lin

### 5.3.6 Propriétés élastiques des couches tissus

Dans le développement suivant, la courbure des fils résultant du tissage de même qu'un éventuel désalignement des fils ne seront pas pris en compte.

On définit un repère local composé de deux directions  $L$  et  $T$  liées aux deux couches UD composant le tissu. La direction  $L$  est associée au sens chaîne ( $0^\circ$ ) tandis que  $T$  est associée au sens trame ( $90^\circ$ ) (figure 5.3).

Les caractéristiques élastiques de chacune des couches UD seront notées comme suit :

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

- couche UD chaîne (indice *ch*) :  $E_{Lu\ ch}, E_{Tu\ ch}, \nu_{LTu\ ch}, G_{LTu\ ch}$  ;
- couche UD trame (indice *tr*) :  $E_{Lu\ tr}, E_{Tu\ tr}, \nu_{LTu\ tr}, G_{LTu\ tr}$ .

$E_{Lu}$  et  $E_{Tu}$  désignent les modules d'Young dans les directions chaîne et trame respectivement.  
 $\nu_{LTu}$  représente le coefficient de Poisson.  
 $G_{LTu}$  correspond au module de cisaillement.

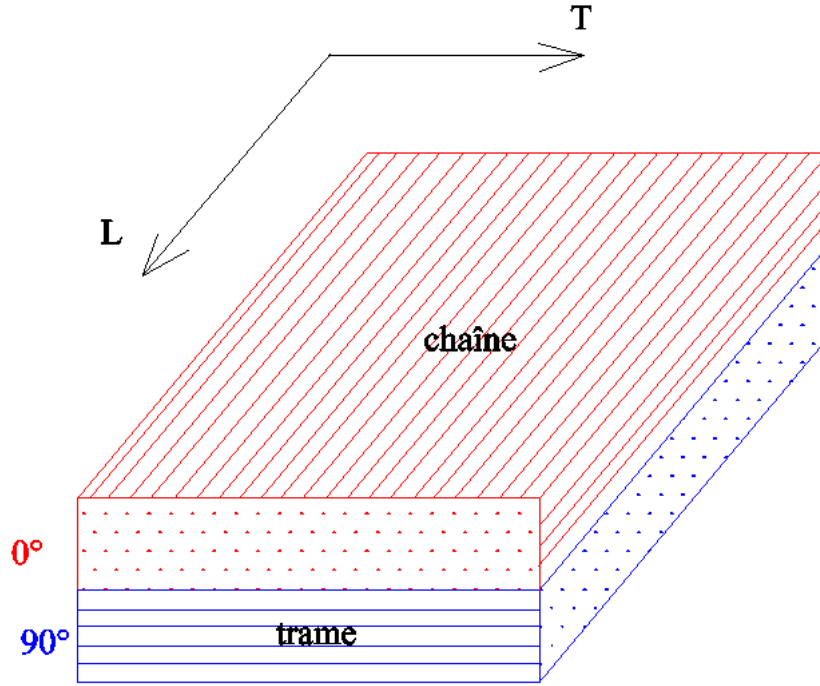


FIGURE 5.3 – Couche tissu faite d'un assemblage de deux couches unidirectionnelles [6]

Alors, dans le cas d'un renfort tissu quelconque, les propriétés élastiques du tissu s'écrivent de la manière suivante :

$$E_L = (1 - \alpha) \left[ k \alpha_{ch} E_{Lu\ ch} + (1 - k) \alpha_{tr} E_{Tu\ tr} \right] \quad (5.19)$$

$$E_T = (1 - \alpha) \left[ k \alpha_{ch} E_{Tu\ ch} + (1 - k) \alpha_{tr} E_{Lu\ tr} \right] \quad (5.20)$$

$$\nu_{LT} = \frac{k \alpha_{ch} \nu_{LTu\ ch} E_{Tu\ ch} + (1 - k) \alpha_{tr} \nu_{LTu\ tr} E_{Lu\ tr}}{k \alpha_{ch} E_{Tu\ ch} + (1 - k) \alpha_{tr} E_{Lu\ tr}} \quad (5.21)$$

$$G_{LT} = k G_{LTu\ ch} + (1 - k) G_{LTu\ tr} \quad (5.22)$$

Les nouveaux paramètres qui ont été introduits dans les quatre relations précédentes sont définis comme suit :

$$\alpha_{ch} = \frac{1}{1 - \nu_{LTu\ ch}^2 \frac{E_{Tu\ ch}}{E_{Lu\ ch}}}$$

$$\alpha_{tr} = \frac{1}{1 - \nu_{LTu tr}^2 \frac{E_{Tu tr}}{E_{Lu tr}}}$$

$$\alpha = \frac{\left[ k \alpha_{ch} \nu_{LTu ch} E_{Tu ch} + (1-k) \alpha_{tr} \nu_{LTu tr} E_{Lu tr} \right]^2}{\left[ k \alpha_{ch} E_{Lu ch} + (1-k) \alpha_{tr} E_{Tu tr} \right] \left[ k \alpha_{ch} E_{Tu ch} + (1-k) \alpha_{tr} E_{Lu tr} \right]}$$

Quant au paramètre  $k$ , il s'appelle coefficient d'équilibrage en chaîne du tissu. Il mesure la proportion relative en volume de fils (ou de mèches) dans le sens chaîne.

Pour un tissu ayant des fibres de même nature (lin, carbone, verre, etc.) en chaîne et en trame, le coefficient d'équilibrage  $k$  s'écrit :

$$k = \frac{n_{ch} T_{ch}}{n_{ch} T_{ch} + n_{tr} T_{tr}}$$

où :

- $n_{ch}$  et  $n_{tr}$  sont respectivement le nombre de fils ou de mèches par unité de largeur et par unité de longueur du tissu ;
- $T_{ch}$  et  $T_{tr}$ , exprimés en tex, sont les titres des fils (ou des mèches) en chaîne et en trame du tissu, respectivement. Ce sont des masses par unité de longueur de fils ou de mèches.

Si de plus les titres en chaîne et en trame sont identiques comme c'est le cas pour le tissu toile de lin et le tissu sergé de carbone que nous avons utilisés alors le coefficient d'équilibrage ne se résume plus qu'à :

$$k = \frac{n_{ch}}{n_{ch} + n_{tr}} \quad (5.23)$$

Vu que nos tissus sont équilibrés (tissage équilibré), le nombre de fils ou de mèches par unité de largeur est égal au nombre de fils par unité de longueur ( $n_{ch} = n_{tr}$ ). Donc d'après la relation 5.23 le coefficient d'équilibrage  $k$  vaut  $\frac{1}{2}$ . Cette valeur sera retenue pour la suite des calculs.

Par conséquent, les relations 5.19 à 5.22 peuvent être réécrites de la manière suivante :

- A) **cas de la couche 2D carbone** : tissu équilibré dont les fibres ont des caractéristiques identiques dans le sens chaîne et dans le sens trame.

Les caractéristiques de ce tissu se traduisent par les relations suivantes :

$$E_{Lu ch} = E_{Lu tr} = E_{Lu}$$

$$E_{Tu ch} = E_{Tu tr} = E_{Tu}$$

$$\nu_{LTu ch} = \nu_{LTu tr} = \nu_{LTu}$$

$$G_{LTu ch} = G_{LTu tr} = G_{LTu}$$

où :  $E_{Lu}$ ,  $E_{Tu}$ ,  $\nu_{LTu}$  et  $G_{LTu}$  sont les propriétés d'une couche unidirectionnelle dont la fraction volumique de fibres est égale à celle de la couche tissu étudiée.

De ce fait, les modules d'élasticité de la couche composite deviennent :

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

---

$$E_L = E_T = \frac{1}{2} (1 - \alpha) \alpha_u (E_{Lu} + E_{Tu}) \quad (5.24)$$

avec :

$$\alpha = \frac{4v_{LTu}^2}{\left(1 + \frac{E_{Lu}}{E_{Tu}}\right)^2}$$

et,

$$\alpha_u = \frac{1}{1 - v_{LTu}^2 \frac{E_{Lu}}{E_{Tu}}}$$

en considérant les expressions de  $\alpha$  et  $\alpha_u$  précédemment définies, il vient :

$$E_T = E_L = \frac{1}{2} (E_{Lu} + E_{Tu}) \quad (5.25)$$

en ce qui concerne le coefficient de Poisson et le module de cisaillement, il vient :

$$v_{LT} = \frac{2v_{LTu}}{1 + \frac{E_{Lu}}{E_{Tu}}} \quad (5.26)$$

$$G_{LT} = G_{LTu} \quad (5.27)$$

B) **cas de la couche 2D lin** : tissu équilibré dont les fils ont des caractéristiques différentes dans le sens chaîne et dans le sens trame.

Ici :

$$E_{Lu\ ch} \neq E_{Lu\ tr}$$

$$E_{Tu\ ch} \neq E_{Tu\ tr}$$

$$v_{LTu\ ch} \neq v_{LTu\ tr}$$

$$G_{LTu\ ch} \neq G_{LTu\ tr}$$

Les conséquences suivantes s'en découlent pour les propriétés élastiques de la couche composite de lin :

$$E_L = \frac{1}{2} (E_{Lu\ ch} + E_{Tu\ tr}) \quad (5.28)$$

$$E_T = \frac{1}{2} (E_{Tu\ ch} + E_{Lu\ ch}) \quad (5.29)$$

$$v_{LT} = \frac{v_{LTu\ ch} E_{Tu\ ch} + v_{LTu\ tr} E_{Lu\ tr}}{E_{Tu\ ch} + E_{Lu\ tr}} \quad (5.30)$$

$$G_{LT} = \frac{1}{2} (G_{LTu\ ch} + G_{LTu\ tr}) \quad (5.31)$$

### 5.3.7 Prise en compte de la porosité

Les porosités, bien qu'utiles dans les applications où l'amortissement des chocs et des vibrations est recherché, ont un impact significativement néfaste sur les propriétés mécaniques des matériaux composites (propriétés en traction, en compression, en flexion, en cisaillement interlaminaire ...), comme reporté dans le chapitre 1 de cette thèse (section 1.6.2.2). Ces porosités favorisent la rupture précoce de la pièce composite lorsqu'elle est en service en raison de l'apparition de zones de concentration de contraintes et de la réduction de la section effective. Nous avons vu que le stratifié lin ( $V_p = 13,01\%$ ) a un taux de porosités élevé comparativement au stratifié carbone qui présente un taux de porosités relativement faible ( $V_p = 1,16\%$ ). Ainsi, afin de prendre en compte l'effet de la porosité sur les propriétés mécaniques de ces composites, plusieurs études ont montré qu'il faut faire intervenir dans l'expression du module d'Young (traduisant la rigidité du composite) le terme multiplicatif  $(1 - V_p)^x$  [206–208]. Le coefficient  $x$ , appelé exposant d'efficacité des porosités a pour rôle de quantifier l'influence des porosités sur le composite. Donc nous réécrivons le module d'Young de la couche composite de la manière suivante :

$$E_T = E_L = \frac{1}{2} (E_{Lu} + E_{Tu})(1 - V_p)^x \quad (5.32)$$

Quant à sa valeur, le coefficient  $x$ , lorsqu'on veut uniquement réduire le volume du composite comme c'est le cas des applications dynamiques (réduction de choc, de vibration), est égal à 0. Cependant, selon [209], pour les composites à renfort tissu  $x$  vaut 1. Ainsi le module d'Young de la couche composite se résume à :

$$E_T = E_L = \frac{1}{2} (E_{Lu} + E_{Tu})(1 - V_p) \quad (5.33)$$

### 5.3.8 Détermination des coefficients de rigidité $Q_{ij}$ des couches tissus dans les axes principaux

Pour une couche composite orthotrope, la relation contrainte-déformation s'exprime à partir de la matrice de rigidité réduite  $Q$  dans les axes principaux.

$$\begin{bmatrix} \sigma_L \\ \sigma_T \\ \sigma_{LT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_L \\ \varepsilon_T \\ \gamma_{LT} \end{bmatrix}$$

En fonction des propriétés élastiques des couches précédemment déterminées, les coefficients  $Q_{ij}$  sont définies par les relations suivantes :

$$Q_{11} = \frac{E_L}{1 - \nu_{LT}^2 \frac{E_T}{E_L}} \quad (5.34)$$

$$Q_{22} = \frac{E_T}{1 - \nu_{LT}^2 \frac{E_T}{E_L}} = \frac{E_T}{E_L} Q_{11} \quad (5.35)$$

$$Q_{12} = \frac{\nu_{LT} E_T}{1 - \nu_{LT}^2 \frac{E_T}{E_L}} = \nu_{LT} Q_{22} \quad (5.36)$$

$$Q_{66} = G_{LT} \quad (5.37)$$

Aussi bien pour la couche composite de lin que pour la couche composite de carbone, les valeurs de ces coefficients sont résumés dans le tableau 5.5.

Coefficient $Q_{ij}$ (GPa)	Couche composite carbone	Couche composite lin
$Q_{11}$	51,91	7,84
$Q_{22}$	51,91	8,31
$Q_{12}$	1,10	2,48
$Q_{66}$	2	2,65
$Q_{16} = Q_{26}$	0	0

Tableau 5.5 – Coefficients de rigidité  $Q_{ij}$  des couches composites

### 5.3.9 Comportement du stratifié

La description du comportement mécanique du stratifié passe par la détermination de sa matrice globale de rigidité et l'établissement de son équation constitutive.

Par conséquent, afin de non seulement déterminer le module en flexion des stratifiés mais aussi analyser l'influence de la séquence d'empilement sur leur comportement mécanique, nous allons déterminer cette matrice globale de rigidité et établir l'équation constitutive. Cette matrice globale est composée des matrices de rigidité en membrane **A**, la matrice de couplage membrane-flexion-torsion **B** et la matrice de rigidité en flexion **D**. Cependant, vu que les stratifiés sont symétriques la matrice de couplage membrane-flexion-torsion est nulle. Les expressions de *A* et *D*, ainsi que celle de l'équation constitutive sont données ci-dessous :

— matrice de rigidité en membrane

$$A = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & 0 \\ A_{12} & A_{22} & 0 \\ 0 & 0 & A_{66} \end{bmatrix}$$

avec :

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^n (Q'_{ij})_k e_k$$

— matrice de rigidité en flexion

$$D = \begin{bmatrix} D_{11} & D_{12} & 0 \\ D_{12} & D_{22} & 0 \\ 0 & 0 & D_{66} \end{bmatrix}$$

avec :

$$D_{ij} = \sum_{k=1}^n (Q'_{ij})_k \left( e_k z_k^2 + \frac{e_k^3}{12} \right)$$



— équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \underbrace{\begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ A_{12} & A_{22} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & A_{66} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & D_{11} & D_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & D_{12} & D_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & D_{66} \end{bmatrix}}_{\text{matrice de rigidité globale}} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.38)$$

Cette équation montre que les résultantes en membrane ( $N_x, N_y, N_{xy}$ ) ne dépendent que des déformations en membrane ( $\varepsilon_{xx}^0, \varepsilon_{yy}^0, \gamma_{xy}^0$ ) et les moments de flexion et torsion ( $M_x, M_y, M_{xy}$ ) ne dépendent que des courbures du plan moyen ( $\kappa_x, \kappa_y, \kappa_{xy}$ ). Pour une plaque orthotrope il n'y a donc pas de couplage membrane-flexion/torsion ni de couplages en torsion-cisaillement et en torsion-flexion.

## 5.4 Application aux hybrides étudiés

Le modèle précédemment présenté sera appliqué ici aux composites stratifiés hybrides considérés dans notre étude. Nous allons tout d'abord déterminer les coefficients de rigidité de ces composites,  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$ , et ensuite leurs modules de flexion.

### 5.4.1 Calcul des coefficients de rigidité

Pour calculer les coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$ , les couches adjacentes de même nature seront regroupées en une seule couche pour des raisons de simplicité.

Dans tout ce qui va suivre,  $e_c$  et  $e_l$  désignent respectivement l'épaisseur de la couche composite de carbone et celle de la couche composite de lin (voir tableau 5.6 pour leurs valeurs). Les  $z$  ( $z_c, z_l, z_i$  (avec  $i$  allant de 1 à 4)) désigneront la cote du centre d'une couche ou la cote du centre d'un ensemble de couches identiques. Leurs valeurs algébriques seront données au fil de l'analyse. Ces différentes notations seront indiquées sur les différents schémas montrant les empilements des stratifiés.

Épaisseur de la couche composite	Valeur (mm)
$e_c$	0,2
$e_l$	0,40375

Tableau 5.6 – Épaisseurs des couches composites de carbone et de lin

En raison de la symétrie du problème, les stratifiés ne seront calculés que sur leur moitié supérieure (couches se trouvant au-dessus du plan moyen).

#### 1. Séquence $[LLLL]_s$ (Tableau 5.8 pour les valeurs numériques)

Cote stratifié $[LLLL]_s$	Valeur (mm)
$z_l$	0,8075

Tableau 5.7 – Valeur de la cote  $z_l$  pour le stratifié  $[LLLL]_s$

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

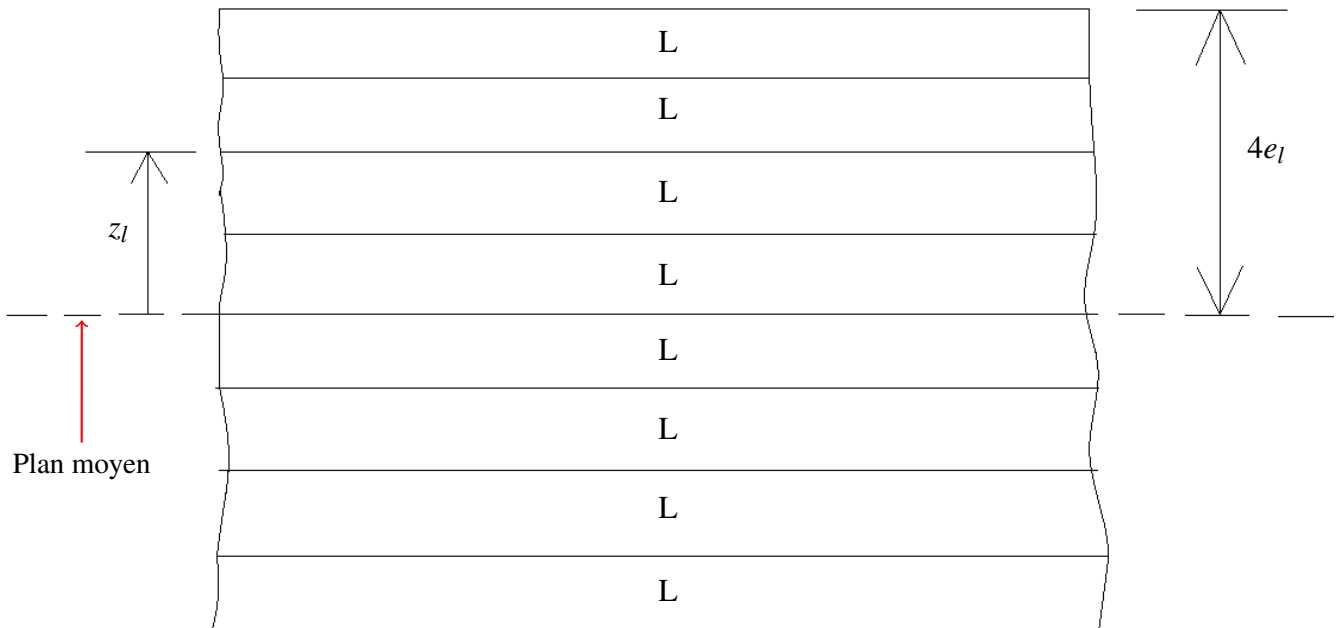


FIGURE 5.4 – Stratifié  $[LLLL]_s$

(a) Coefficients de rigidité en membrane

$$A_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{lin} (4 e_l) \right]$$

(b) Coefficients de rigidité en flexion

$$D_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{lin} \left( 4 e_l z_l^2 + \frac{(4 e_l)^3}{12} \right) \right]$$

Coefficients $A_{ij}$ (N/m)		Coefficients $D_{ij}$ (Nm)	
$A_{11}$	$1,68 \cdot 10^8$	$D_{11}$	22,02
$A_{22}$	$1,68 \cdot 10^8$	$D_{22}$	23,34
$A_{12}$	$3,56 \cdot 10^6$	$D_{12}$	6,96
$A_{66}$	$6,46 \cdot 10^6$	$D_{66}$	7,44
$A_{16} = A_{26}$	0	$D_{16} = D_{26}$	0

Tableau 5.8 – Valeurs des coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  pour le stratifié  $[LLLL]_s$

(c) Équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1,68 \cdot 10^8 & 3,56 \cdot 10^6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 3,56 \cdot 10^6 & 1,68 \cdot 10^8 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 6,46 \cdot 10^6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 22,02 & 6,96 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 6,96 & 23,34 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 7,44 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.39)$$

2. Séquence [LLCC]<sub>s</sub> (Tableau 5.10 pour les valeurs numériques)

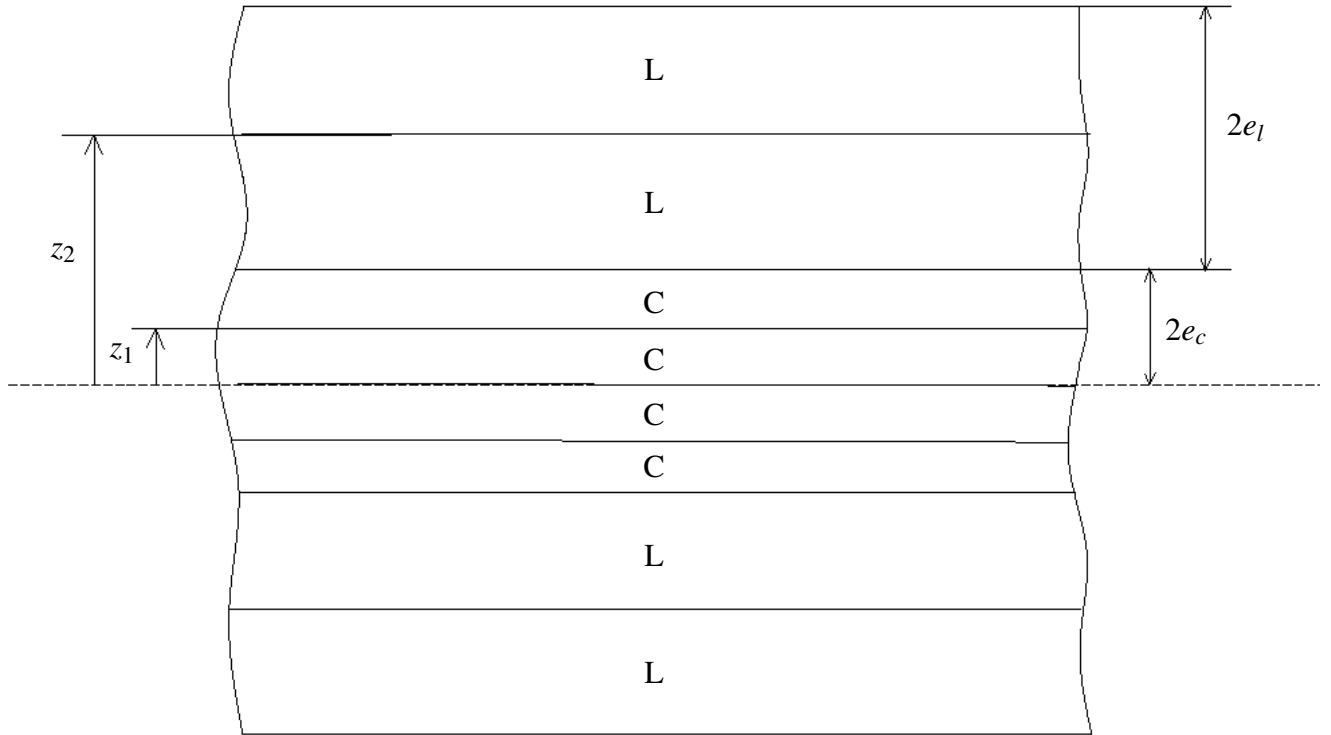


FIGURE 5.5 – Stratifié [LLCC]<sub>s</sub>

Cotes stratifié [LLCC] <sub>s</sub>	Valeur (mm)
$z_1$	0,2
$z_2$	1,80375

Tableau 5.9 – Valeurs des cotes pour le stratifié [LLCC]<sub>s</sub>

(a) Coefficients de rigidité en membrane

$$A_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{carbone} (2 e_c) + Q_{ij}^{lin} (2 e_l) \right]$$

(b) Coefficients de rigidité en flexion

$$D_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{carbone} \left( 2 e_c z_1^2 + \frac{(2 e_c)^3}{12} \right) + Q_{ij}^{lin} \left( 2 e_l z_2^2 + \frac{(2 e_l)^3}{12} \right) \right]$$

(c) Équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 5,42 \cdot 10^7 & 4,88 \cdot 10^6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 4,88 \cdot 10^6 & 5,50 \cdot 10^7 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 5,88 \cdot 10^6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 11,09 & 2,85 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,85 & 11,62 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 3,08 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.40)$$

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

Coefficients $A_{ij}$ (N/m)		Coefficients $D_{ij}$ (Nm)	
$A_{11}$	$5,42 \cdot 10^7$	$D_{11}$	11,09
$A_{22}$	$5,50 \cdot 10^7$	$D_{22}$	11,62
$A_{12}$	$4,88 \cdot 10^6$	$D_{12}$	2,85
$A_{66}$	$5,88 \cdot 10^6$	$D_{66}$	3,08
$A_{16} = A_{26}$	0	$D_{16} = D_{26}$	0

Tableau 5.10 – Valeurs des coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  pour le stratifié  $[LLCC]_s$

3. Séquence  $[LCLC]_s$  (Tableau 5.12 pour les valeurs numériques)

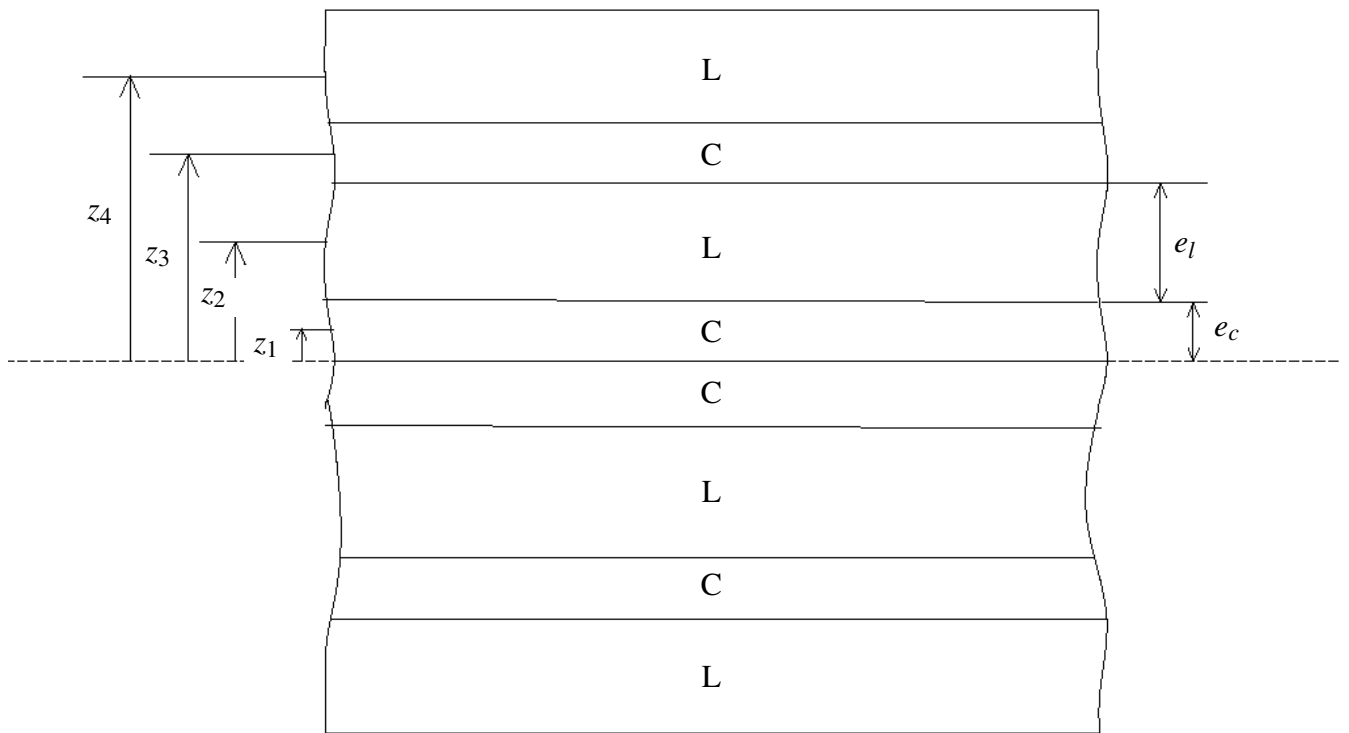


FIGURE 5.6 – Stratifié  $[LCLC]_s$

Cotes stratifié $[LCLC]_s$	Valeur (mm)
$z_1$	0,1
$z_2$	1,401875
$z_3$	1,70375
$z_4$	1,005625

Tableau 5.11 – Valeurs des cotes pour le stratifié  $[LCLC]_s$

(a) Coefficients de rigidité en membrane

$$A_{ij} = 2 \left[ 2 Q_{ij}^{carbone} e_c + 2 Q_{ij}^{lin} e_l \right]$$

(b) Coefficients de rigidité en flexion

$$D_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{carbone} \left( e_c z_1^2 + \frac{e_c^3}{12} \right) + Q_{ij}^{lin} \left( e_l z_2^2 + \frac{e_l^3}{12} \right) + Q_{ij}^{carbone} \left( e_c z_3^2 + \frac{e_c^3}{12} \right) + Q_{ij}^{lin} \left( e_l z_4^2 + \frac{e_l^3}{12} \right) \right]$$

Coefficients $A_{ij}$ (N/m)		Coefficients $D_{ij}$ (Nm)	
$A_{11}$	$5,42.10^7$	$D_{11}$	18,23
$A_{22}$	$5,50.10^7$	$D_{22}$	18,68
$A_{12}$	$4,88.10^6$	$D_{12}$	2,63
$A_{66}$	$5,88.10^6$	$D_{66}$	2,98
$A_{16} = A_{26}$	0	$D_{16} = D_{26}$	0

Tableau 5.12 – Valeurs des coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  pour le stratifié [LCLC]<sub>s</sub>

(c) Équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 5,42.10^7 & 4,88.10^6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 4,88.10^6 & 5,50.10^7 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 5,88.10^6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 18,23 & 2,63 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,63 & 18,68 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2,98 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_{xx}^0 \\ \epsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.41)$$

4. Séquence [CLCL]<sub>s</sub> (Tableau 5.14 pour les valeurs numériques)

Cotes stratifié [CLCL] <sub>s</sub>	Valeur (mm)
$z_1$	0,201875
$z_2$	1,50375
$z_3$	1,805625
$z_4$	1,1075

Tableau 5.13 – Valeurs des cotes pour le stratifié [CLCL]<sub>s</sub>

(a) Coefficients de rigidité en membrane

$$A_{ij} = 2 \left[ 2 Q_{ij}^{lin} e_l + 2 Q_{ij}^{carbone} e_c \right]$$

(b) Coefficients de rigidité en flexion

$$D_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{lin} \left( e_l z_1^2 + \frac{e_l^3}{12} \right) + Q_{ij}^{carbone} \left( e_c z_2^2 + \frac{e_c^3}{12} \right) + Q_{ij}^{lin} \left( e_l z_3^2 + \frac{e_l^3}{12} \right) + Q_{ij}^{carbone} \left( e_c z_4^2 + \frac{e_c^3}{12} \right) \right]$$

(c) Équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 5,42.10^7 & 4,88.10^6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 4,88.10^6 & 5,50.10^7 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 5,88.10^6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 35,41 & 2,09 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,09 & 35,69 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2,72 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_{xx}^0 \\ \epsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.42)$$

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

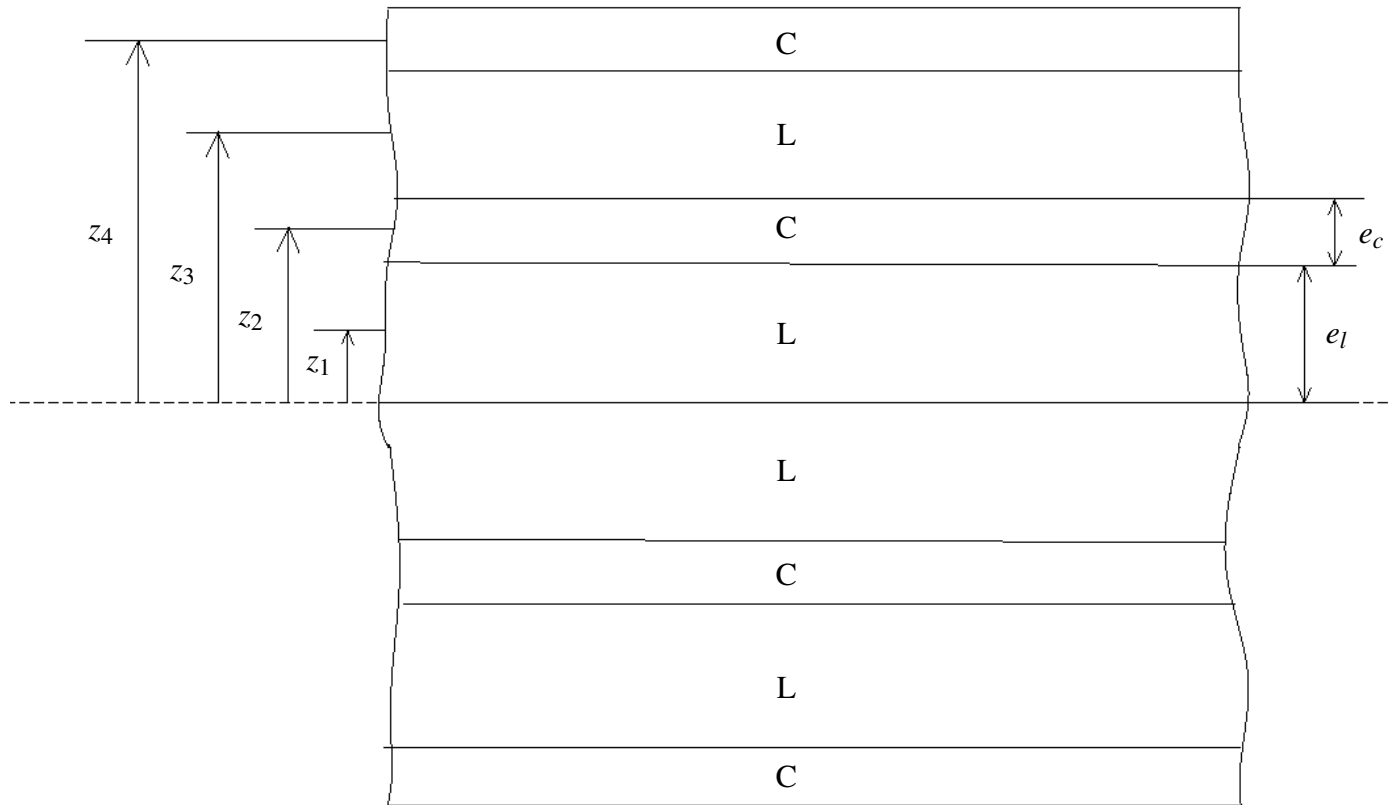


FIGURE 5.7 – Stratifié  $[CLCL]_s$

Coefficients $A_{ij}$ (N/m)		Coefficients $D_{ij}$ (Nm)	
$A_{11}$	$5,42 \cdot 10^7$	$D_{11}$	35,41
$A_{22}$	$5,50 \cdot 10^7$	$D_{22}$	35,69
$A_{12}$	$4,88 \cdot 10^6$	$D_{12}$	2,09
$A_{66}$	$5,88 \cdot 10^6$	$D_{66}$	2,72
$A_{16} = A_{26}$	0	$D_{16} = D_{26}$	0

Tableau 5.14 – Valeurs des coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  pour le stratifié  $[CLCL]_s$

5. Séquence [CCLL]<sub>s</sub> (Tableau 5.16 pour les valeurs numériques)

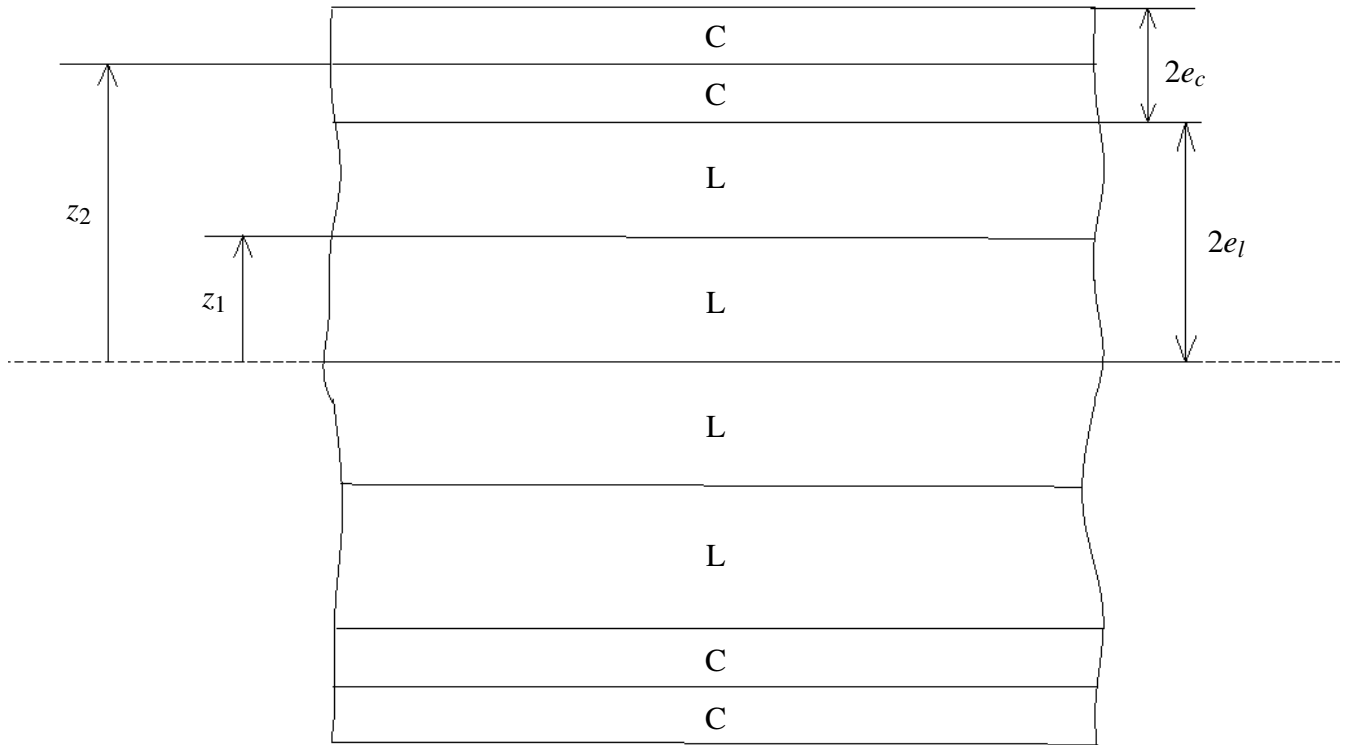


FIGURE 5.8 – Stratifié [CCLL]<sub>s</sub>

Cotes stratifié [CCLL] <sub>s</sub>	Valeur (mm)
$z_1$	0,40375
$z_2$	1,0075

Tableau 5.15 – Valeurs des cotes pour le stratifié [CCLL]<sub>s</sub>

(a) Coefficients de rigidité en membrane

$$A_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{lin} (2 e_l) + Q_{ij}^{carbone} (2 e_c) \right]$$

(b) Coefficients de rigidité en flexion

$$D_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{lin} \left( 2 e_l z_1^2 + \frac{(2 e_l)^3}{12} \right) + Q_{ij}^{carbone} \left( 2 e_c z_2^2 + \frac{(2 e_c)^3}{12} \right) \right]$$

(c) Équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 5,42 \cdot 10^7 & 4,88 \cdot 10^6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 4,88 \cdot 10^6 & 5,50 \cdot 10^7 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 5,88 \cdot 10^6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 45,46 & 1,78 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1,78 & 45,62 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2,58 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.43)$$

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

Coefficients $A_{ij}$ (N/m)		Coefficients $D_{ij}$ (Nm)	
$A_{11}$	$5,42.10^7$	$D_{11}$	45,46
$A_{22}$	$5,50.10^7$	$D_{22}$	45,62
$A_{12}$	$4,88.10^6$	$D_{12}$	1,78
$A_{66}$	$5,88.10^6$	$D_{66}$	2,58
$A_{16} = A_{26}$	0	$D_{16} = D_{26}$	0

Tableau 5.16 – Valeurs des coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  pour le stratifié  $[CCLL]_s$

6. Séquence  $[CCCC]_s$  (Tableau 5.18 pour les valeurs numériques)

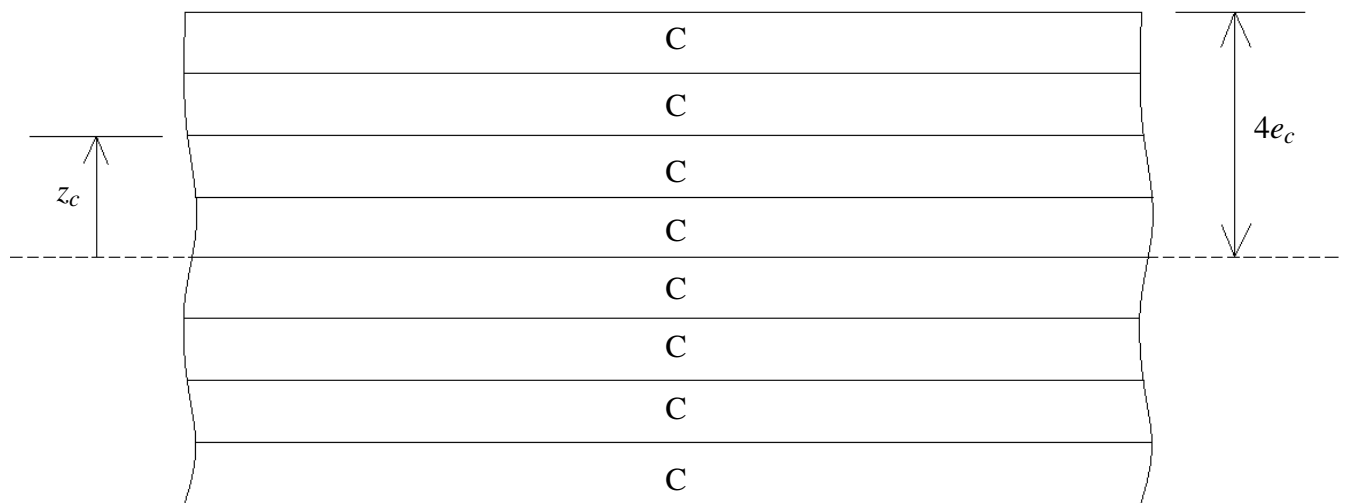


FIGURE 5.9 – Stratifié  $[CCCC]_s$

Cote stratifié $[CCCC]_s$	Valeur (mm)
$z_c$	0,4

Tableau 5.17 – Valeur de la cote  $z_c$  pour le stratifié  $[CCCC]_s$

(a) Coefficients de rigidité en membrane

$$A_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{carbone} (4 e_c) \right]$$

(b) Coefficients de rigidité en flexion

$$D_{ij} = 2 \left[ Q_{ij}^{carbone} \left( 4 e_c z_c^2 + \frac{(4 e_c)^3}{12} \right) \right]$$



Coefficients $A_{ij}$ (N/m)		Coefficients $D_{ij}$ (Nm)	
$A_{11}$	$8,31.10^7$	$D_{11}$	17,71
$A_{22}$	$8,31.10^7$	$D_{22}$	17,71
$A_{12}$	$1,76.10^6$	$D_{12}$	0,38
$A_{66}$	$3,20.10^6$	$D_{66}$	0,68
$A_{16} = A_{26}$	0	$D_{16} = D_{26}$	0

Tableau 5.18 – Valeurs des coefficients  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  pour le stratifié  $[CCCC]_s$

(c) Équation constitutive

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 8,31.10^7 & 1,76.10^6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1,76.10^6 & 8,31.10^7 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 3,20.10^6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 17,71 & 0,38 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0,38 & 17,71 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,68 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.44)$$

### 5.4.2 Analyse des résultats

La figure 5.10 indique l'évolution des coefficients de rigidité en fonction des séquences d'empilement hybrides. La figure 5.10a montre que la séquence d'empilement n'a pas d'influence sur le comportement en membrane des stratifiés. En effet, nous pouvons constater que les termes  $A_{11}$  de toutes les séquences hybrides sont égaux (valable pour tous les  $A_{ij}$ ). En revanche, on note une différence de comportement en flexion et en torsion lorsqu'on modifie la séquence d'empilement des couches puisque les coefficients  $D_{ij}$  diffèrent d'une séquence à une autre (figures 5.10b, 5.10c et 5.10d).

Dans les cas où les couches de carbone sont situées à l'extérieur (séquences  $[CCLL]_s$  et  $[CLCL]_s$ ), les termes  $D_{11}$  (et  $D_{22}$ ) sont supérieurs. De plus, plus le nombre de couches de carbone à l'extérieur est important plus ces coefficients sont importants (par exemple, le coefficient  $D_{11}$  de  $[CCLL]_s$  est supérieur à celui de  $[CLCL]_s$  de 28%). Cette propriété vient du fait que les couches à modules élastiques élevés ( $E_L$  et  $E_T$ ) sont les plus éloignées du plan moyen du stratifié. À l'inverse, les termes  $D_{12}$  traduisant le couplage flexion-torsion et  $D_{66}$  sont supérieurs dans le cas où les couches de lin sont placées à l'extérieur du composite stratifié. Dans ce dernier cas, le composite a une meilleure rigidité en torsion.

Par ailleurs, pour les séquences non-hybrides,  $[LLLL]_s$  et  $[CCCC]_s$ , on trouve que les coefficients de rigidité  $A_{ij}$  et  $D_{ij}$  sont plus élevés pour le stratifié lin que pour le stratifié carbone (voir les tableaux 5.8 et 5.18). Ce résultat est parfaitement logique parce que ces coefficients sont dépendants de la géométrie de la poutre. En réalité, l'épaisseur du stratifié lin ( $2 \times 4e_l$ ) ainsi que la cote du centre de ses couches ( $z_l$ ) sont plus élevées que celles du stratifié carbone, donc naturellement les coefficients de rigidité de ce dernier seront inférieurs à ceux du composite lin.

En conclusion, pour obtenir une bonne rigidité en flexion d'un stratifié hybride (constitué d'au moins deux renforts de différentes natures), il faut placer les couches les plus rigides le plus éloigné possible du plan de symétrie du composite ; en d'autres termes les placer de part et d'autre des couches moins rigides. Par contre, si l'objectif est d'obtenir une meilleure rigidité en torsion, les couches les plus rigides doivent figurer de part et d'autre du plan moyen du stratifié. Enfin, pour les propriétés en membrane, l'ordre d'empilement des couches est sans importance.

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

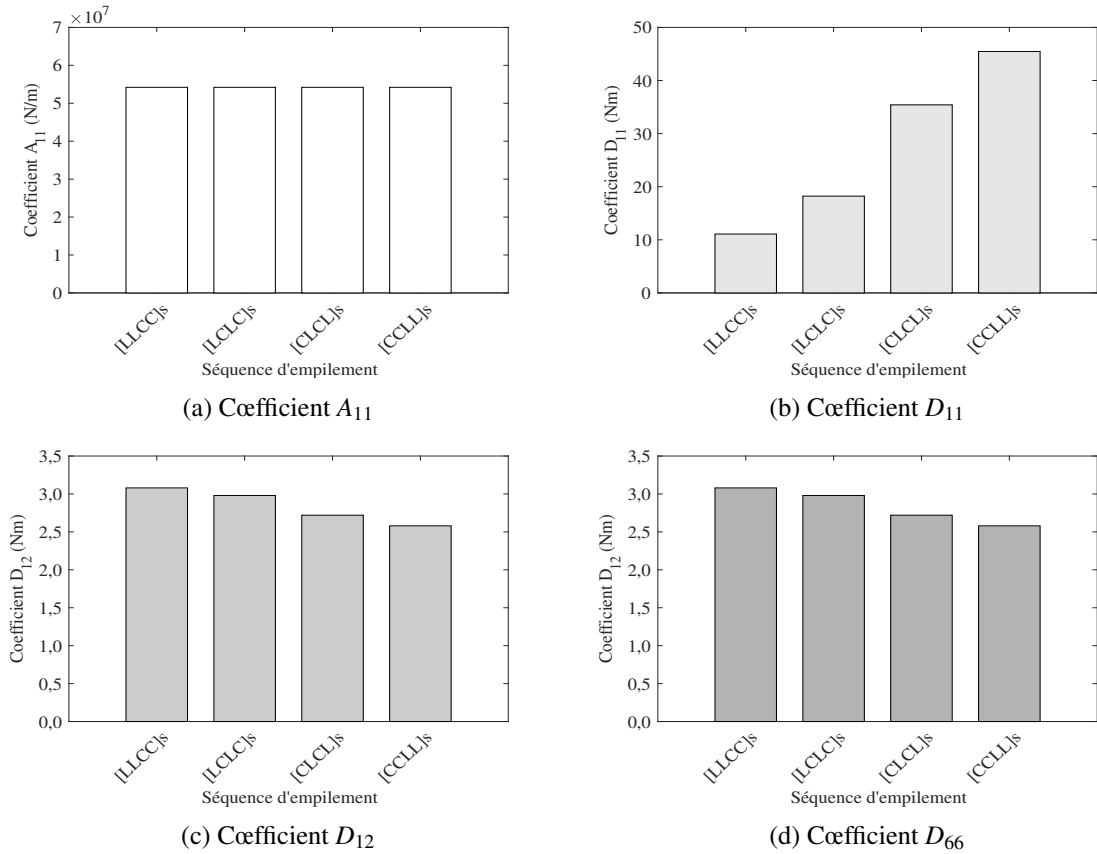


FIGURE 5.10 – Évolution des coefficients de rigidité en fonction des séquences d'empilement

### 5.4.3 Confrontation des résultats théoriques avec les résultats expérimentaux

La connaissance des coefficients de la matrice inverse de rigidité en flexion du stratifié,  $[D_{ij}^*]$ , permet de déterminer le module de flexion des composites stratifiés, en particulier celle de la composante  $D_{11}^*$  (relation 5.2). Ces coefficients de rigidité en flexion sont eux-mêmes fonctions des coefficients de rigidité  $Q_{ij}^*$  de la couche composite. Pour rappel, le module de flexion théorique s'obtient à l'aide de la relation 5.5.

En comparaison avec les résultats expérimentaux donnés par les essais de flexion 3 points réalisés et présentés dans le chapitre 4, les résultats théoriques obtenus grâce à notre analyse basée sur la TCS sont montrés dans le tableau 5.19 pour les six composites stratifiés étudiés dans cette thèse.

Séquence	Expérimental (GPa)	Théorique (TSC) (MPa)	Différence (%)
$[LLLL]_s$	7,08	7,10	0,28
$[LLCC]_s$	7,97	8,15	2,26
$[LCLC]_s$	15,15	15,22	0,46
$[CLCL]_s$	27,26	29,09	6,71
$[CCLL]_s$	41,75	38,67	-7,38
$[CCCC]_s$	49,61	51,88	4,56

Tableau 5.19 – Module de flexion des stratifiés : comparaison résultats expérimentaux-résultats théoriques (TCS)

Ce tableau montre que sur l'ensemble des séquences d'empilement, il y a un bon accord entre les résultats analytiques et les résultats expérimentaux. Car, au regard des chiffres on remarque un faible écart entre les deux résultats. Ceci démontre que notre analyse décrit correctement le comportement en flexion des composites stratifiés.

Ensuite, suivant les séquences d'empilement, la même tendance observée pour les résultats expérimentaux et qui a été discutée dans le chapitre 4 se dégage également pour les résultats théoriques. En effet, nous pouvons remarquer en ce qui concerne les résultats issus de l'analyse théorique que plus il y a de couches de carbone à l'extérieur du composite plus le module de flexion augmente. Cette augmentation de la rigidité du composite est liée aux propriétés mécaniques (rigidité et résistance) naturellement élevées des fibres de carbone.

Par ailleurs, pour toutes les séquences d'empilement à l'exception de la séquence  $[CCLL]_s$ , nous pouvons constater que les valeurs du module d'Young obtenu par calcul sont légèrement supérieures aux valeurs expérimentales. Ce constat se vérifie particulièrement pour les séquences où les couches de lin sont à l'extérieur (les trois premières séquences du tableau 5.19). Nous pouvons expliquer ceci par :

- le fait que les valeurs des propriétés des fibres de carbone ont été prises dans la littérature contrairement aux caractéristiques des fils de lin dont les valeurs sont « vraies » puisque déterminées expérimentalement ;
- la courbure des fils de lin qui n'a pas été prise en compte dans les calculs. Cette courbure est due à la technique de tissage et aux traitements subis par le fil ;
- un éventuel désalignement des fils de lin. Ce désalignement, également créé lors du tissage et de l'application des traitements sur le fil, même faible peut entraîner des valeurs mesurées ( $E_{fil}$ ,  $\sigma_{fil}$ ) nettement plus faibles que les valeurs réelles des caractéristiques du fil ;
- une prise en compte plus ou moins juste de la porosité réelle du composite lin dans les calculs. En effet, la valeur 1 (valable pour les renforts tissés) donnée à l'exposant d'efficacité des porosités  $x$ , peut en raison du caractère particulier de notre tissu de lin être plus ou moins importante (tissu toile composé de fils torsadés et à armure très spécifique) ;
- d'éventuelles erreurs de mesure expérimentale.

## 5.5 Scénario de rupture

La détermination des contraintes au sein des couches des 6 différents stratifiés peut nous permettre de prédire le scénario de rupture de ces matériaux. Les contraintes dans la couche  $k$  du stratifié sont données par :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^k \\ \sigma_{yy}^k \\ \sigma_{xy}^k \end{bmatrix} = z \begin{bmatrix} Q_{11}^k & Q_{12}^k & Q_{16}^k \\ Q_{12}^k & Q_{22}^k & Q_{26}^k \\ Q_{16}^k & Q_{26}^k & Q_{66}^k \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (5.45)$$

$Q_{ij}^k$  désignent les coefficients de rigidité de la couche  $k$  rapportés aux axes de la plaque stratifiée. on a donc :

$$\begin{cases} \sigma_{xx}^k = z(Q_{11}^k D_{11}^* + Q_{12}^k D_{12}^* + Q_{16}^k D_{16}^*) M_x \\ \sigma_{yy}^k = z(Q_{12}^k D_{11}^* + Q_{22}^k D_{12}^* + Q_{26}^k D_{16}^*) M_x \\ \sigma_{xy}^k = z(Q_{16}^k D_{11}^* + Q_{26}^k D_{12}^* + Q_{66}^k D_{16}^*) M_x \end{cases}$$

En introduisant le moment de flexion  $M$  et le moment quadratique  $I$ , les contraintes deviennent :

$$\begin{aligned} \sigma_{xx}^k &= a_{xx}^k \frac{M}{I} z \\ \sigma_{yy}^k &= a_{yy}^k \frac{M}{I} z \\ \sigma_{xy}^k &= a_{xy}^k \frac{M}{I} z \end{aligned}$$

avec

$$\begin{aligned} a_{xx}^k &= (Q_{11}^k D_{11}^* + Q_{12}^k D_{12}^* + Q_{16}^k D_{16}^*) \frac{h^3}{12} \\ a_{yy}^k &= (Q_{12}^k D_{11}^* + Q_{22}^k D_{12}^* + Q_{26}^k D_{16}^*) \frac{h^3}{12} \\ a_{xy}^k &= (Q_{16}^k D_{11}^* + Q_{26}^k D_{12}^* + Q_{66}^k D_{16}^*) \frac{h^3}{12} \end{aligned}$$

Les expressions des contraintes précédemment données ne sont valables que pour des poutres ayant un rapport  $\frac{b}{h}$  assez élevé, ce qui est le cas pour nos éprouvettes stratifiées.

Lorsque les poutres sont en matériau homogène, on a :  $a_{xx} = 1$ ,  $a_{xx} = a_{xx} = 0$ ; et les équations des contraintes se réduisent à celles de la théorie classique des poutres.

### 5.5.1 Cas de la flexion 3 points

Dans le cas de la flexion 3 points, sachant que les contraintes sont maximales pour  $x = \frac{L}{2}$  et connaissant  $M$  et  $I$ , les expressions des contraintes sont données par :

$$\begin{aligned} \sigma_{xx}^k &= -3 a_{xx}^k \frac{PL}{bh^3} z \\ \sigma_{yy}^k &= -3 a_{yy}^k \frac{PL}{bh^3} z \\ \sigma_{xy}^k &= -3 a_{xy}^k \frac{PL}{bh^3} z \end{aligned}$$

On note  $\sigma_0$  (donnée par la relation 5.46) la contrainte de traction maximale atteinte sur la face en tension ( $z = -\frac{h}{2}$ ) d'une poutre en matériau homogène.

$$\sigma_0 = \sigma_{xx \max} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (5.46)$$

Alors, les contraintes dans la couche  $k$  du matériau composite stratifié sont définies par les expressions 5.47.

$$\begin{cases} \sigma_{xx}^k = -2 a_{xx}^k \sigma_0 \frac{z}{h} \\ \sigma_{yy}^k = -2 a_{yy}^k \sigma_0 \frac{z}{h} \\ \sigma_{xy}^k = -2 a_{xy}^k \sigma_0 \frac{z}{h} \end{cases} \quad (5.47)$$

### 5.5.2 Répartition des contraintes en fonction de la séquence d'empilement

La variation de la contrainte normale  $\sigma_{xx}$  (première équation des relations 5.47) à travers l'épaisseur du composite est reportée sur la figure 5.11 pour les séquences d'empilement non-hybrides et sur les figures 5.12a à 5.15a pour les quatre empilements hybrides. La contrainte est rapportée à la contrainte maximale des couches. Pour des raisons de comparaison, la variation de la contrainte dans le cas d'un matériau homogène est également reportée sur les figures relatives aux séquences hybrides. Ces variations de contrainte permettent d'évaluer les conditions de première rupture du composite.

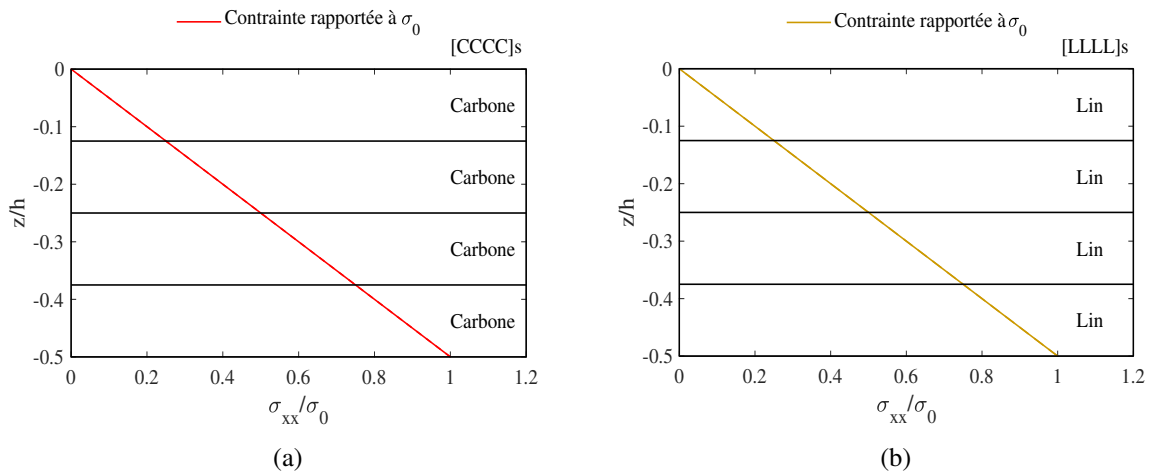


FIGURE 5.11 – Répartition des contraintes  $\sigma_{xx}$  à travers l'épaisseur des composites non-hybrides : (a) séquence  $[CCCC]_s$  et (b) séquence  $[LLLL]_s$

### 5.5.3 Analyse et comparaison

Logiquement, comme le montre la figure 5.11, la variation des contraintes à travers l'épaisseur des composites non-hybrides  $[CCCC]_s$  et  $[LLLL]_s$  est marquée par une continuité expliquée par le fait que ces deux composites sont constitués de couches de même nature (matériau homogène). Par contre, on note une discontinuité des contraintes au niveau des stratifiés hybrides en raison de la présence de plis n'ayant pas les mêmes propriétés.

Les résultats obtenus montrent clairement l'influence de la séquence d'empilement des couches sur le comportement en flexion des stratifiés. En flexion, les couches les plus sollicitées sont les couches externes. La contrainte maximale n'est atteinte dans la couche externe que dans les cas où la couche de lin est à l'extérieur (séquences  $[LLCC]_s$  et  $[LCLC]_s$ ). Il en résulte alors que la charge à la rupture du composite sera fortement influencée par la séquence d'empilement considérée.

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

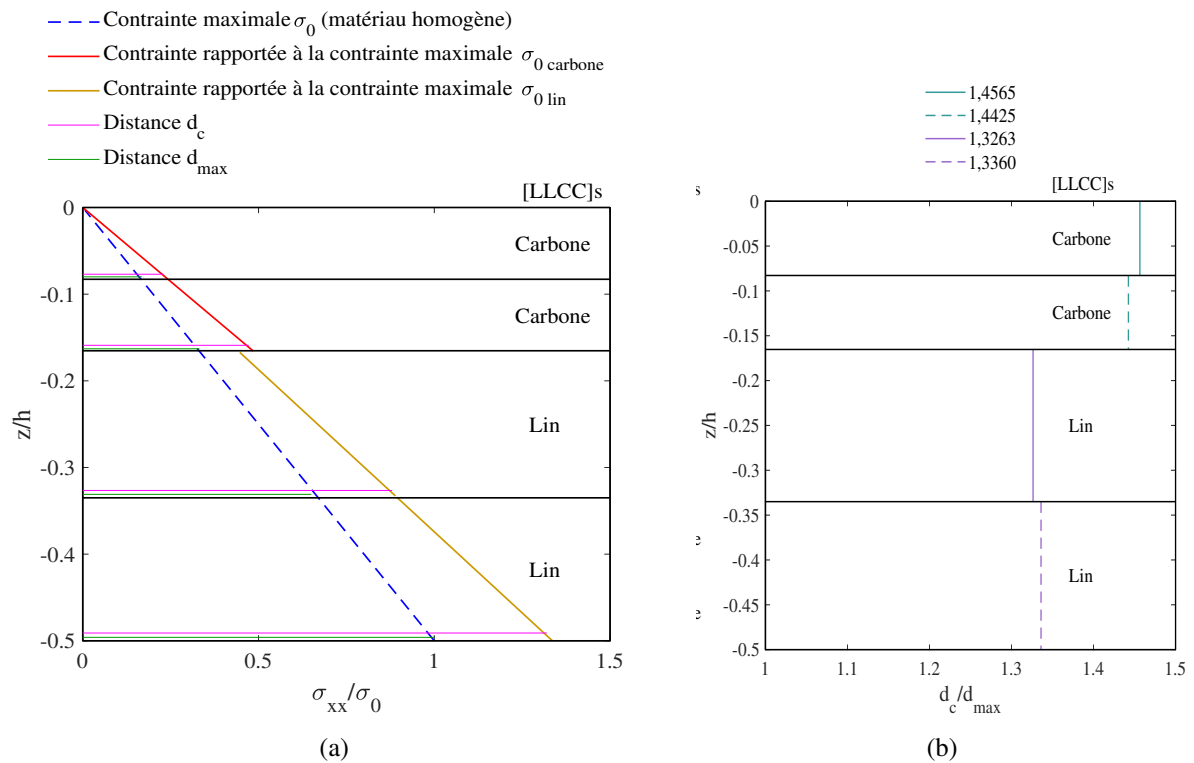


FIGURE 5.12 – Scénario de rupture du stratifié [LLCC]<sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes  $\sigma_{xx}$  à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport  $\frac{d_c}{d_{max}}$  suivant les couches

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

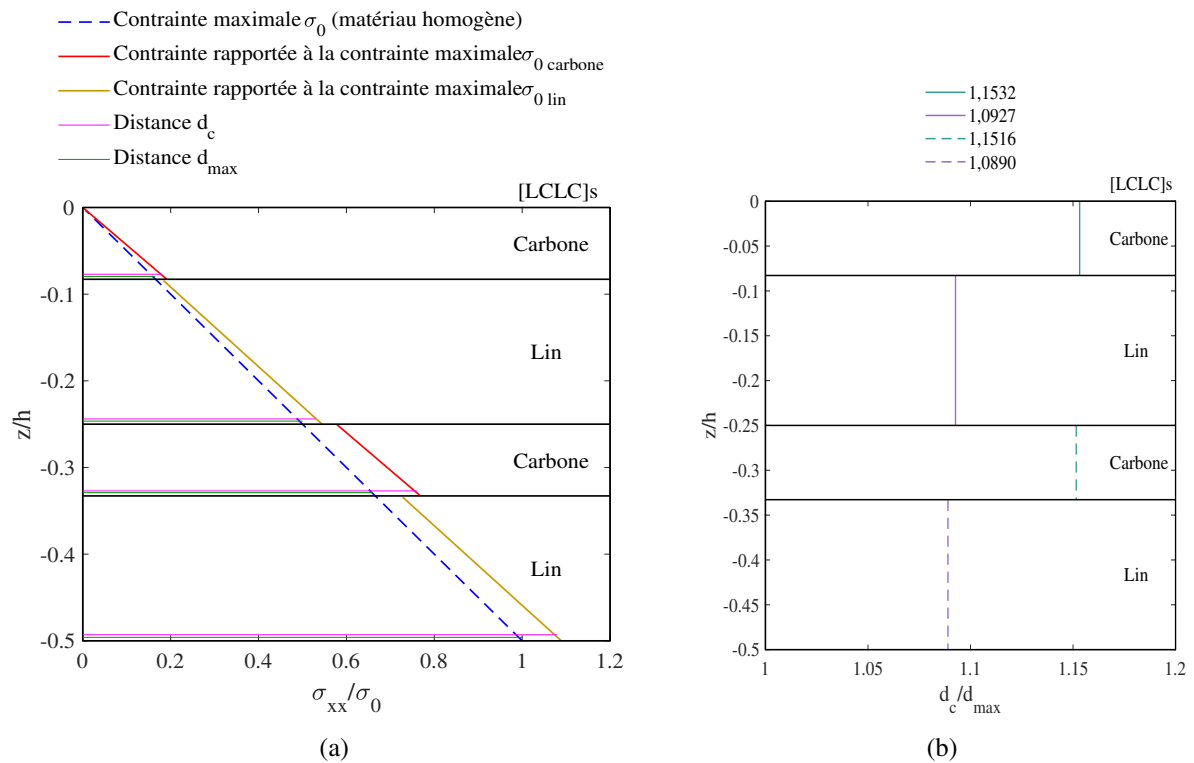


FIGURE 5.13 – Scénario de rupture du stratifié [LCLC]<sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes  $\sigma_{xx}$  à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport  $\frac{d_c}{d_{\text{max}}}$  suivant les couches

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

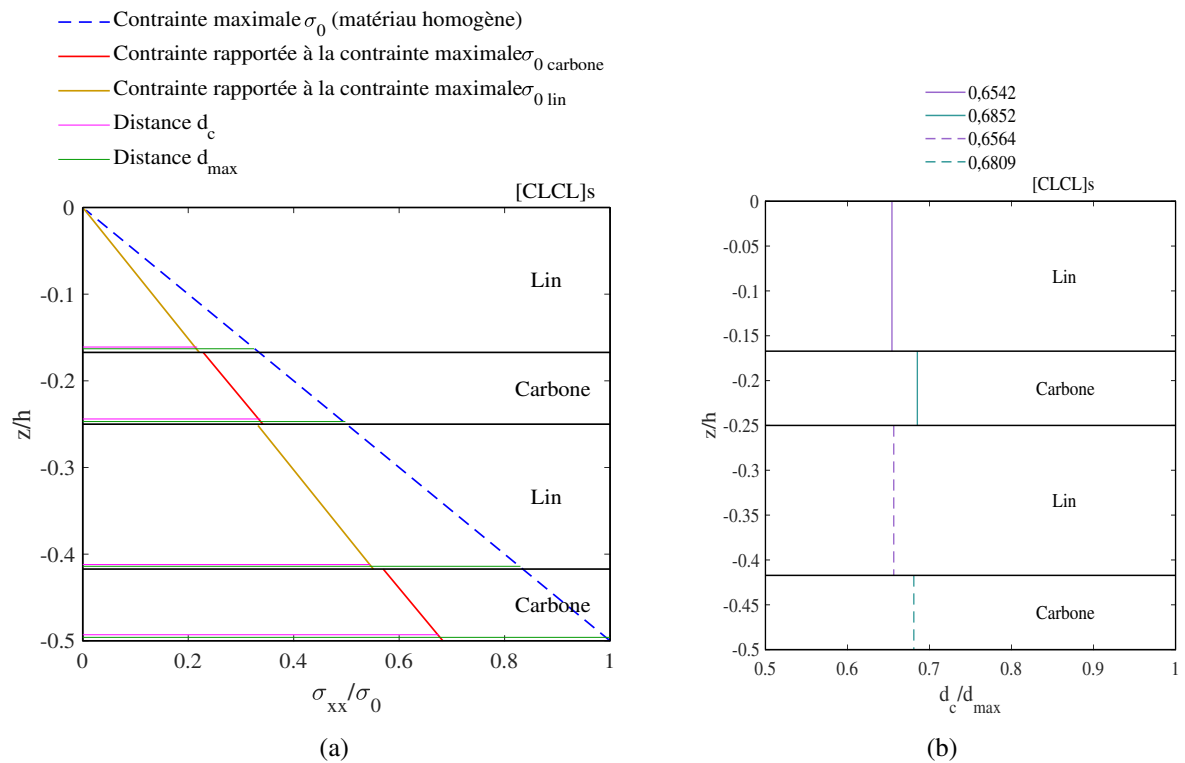


FIGURE 5.14 – Scénario de rupture du stratifié [CLCL]<sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes  $\sigma_{xx}$  à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport  $\frac{d_c}{d_{\text{max}}}$  suivant les couches



CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

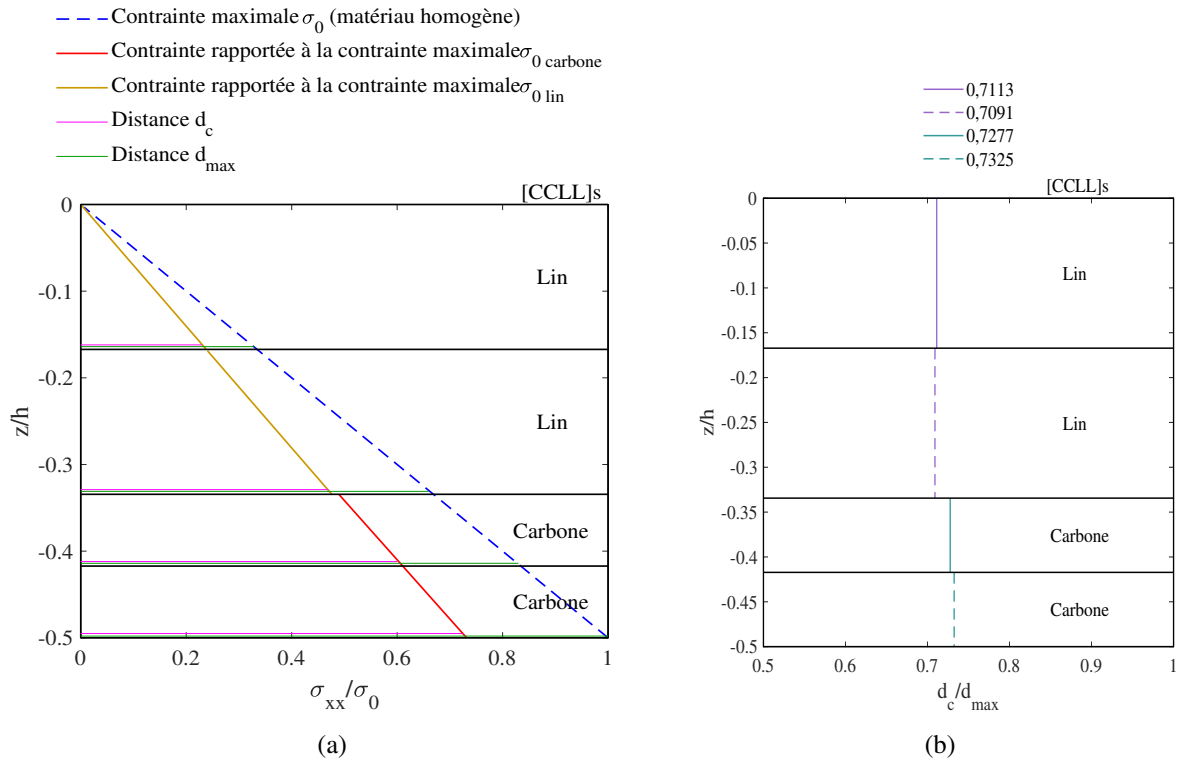


FIGURE 5.15 – Scénario de rupture du stratifié [CCLL]<sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes  $\sigma_{xx}$  à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport  $\frac{d_c}{d_{\text{max}}}$  suivant les couches

CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

Les travaux de Berthelot [6] ont montré qu'un critère en contraintes maximales peut être utilisé pour prévoir le scénario de rupture des composites stratifiés. Pour une couche  $k$  soumise à un état de contraintes planes  $(\sigma_{xx}, \sigma_{yy}, \sigma_{xy})$ , le critère de rupture en contraintes maximales stipule que la résistance mécanique de la couche est atteinte lorsqu'une des trois contraintes auxquelles est soumise la couche atteint la valeur de la contrainte à rupture correspondante. Vu qu'en flexion la sollicitation la plus prédominante est la traction, nous allons analyser le scénario de rupture des stratifiés uniquement sur leur moitié inférieure (où les plis sont en tension), conformément aux figures montrant les variations de contraintes.

De manière pratique, rompra en premier la couche dont le rapport  $\frac{d_c}{d_{max}}$  est le plus élevé (voir les figures 5.12b, 5.13b, 5.14b et 5.15b). Par contre, s'il y a une certitude par rapport à la prédiction de la rupture du premier pli, cela n'est pas tout à fait le cas quant à celle des ruptures suivantes puisqu'après rupture du premier pli il doit y avoir une redistribution des contraintes dans les couches qui peut changer l'ordre de rupture des plis suivants. Et donc, les prévisions de rupture données pour les plis du stratifié qui vont rompre après le premier sont à considérer comme des probabilités de rupture. Le déroulement de la rupture des plis du stratifié hybride selon les séquences d'empilement hybrides est alors indiquée sur la figure 5.16. Les chiffres ①, ②, ③ et ④ indiquent l'ordre de déroulement des ruptures.

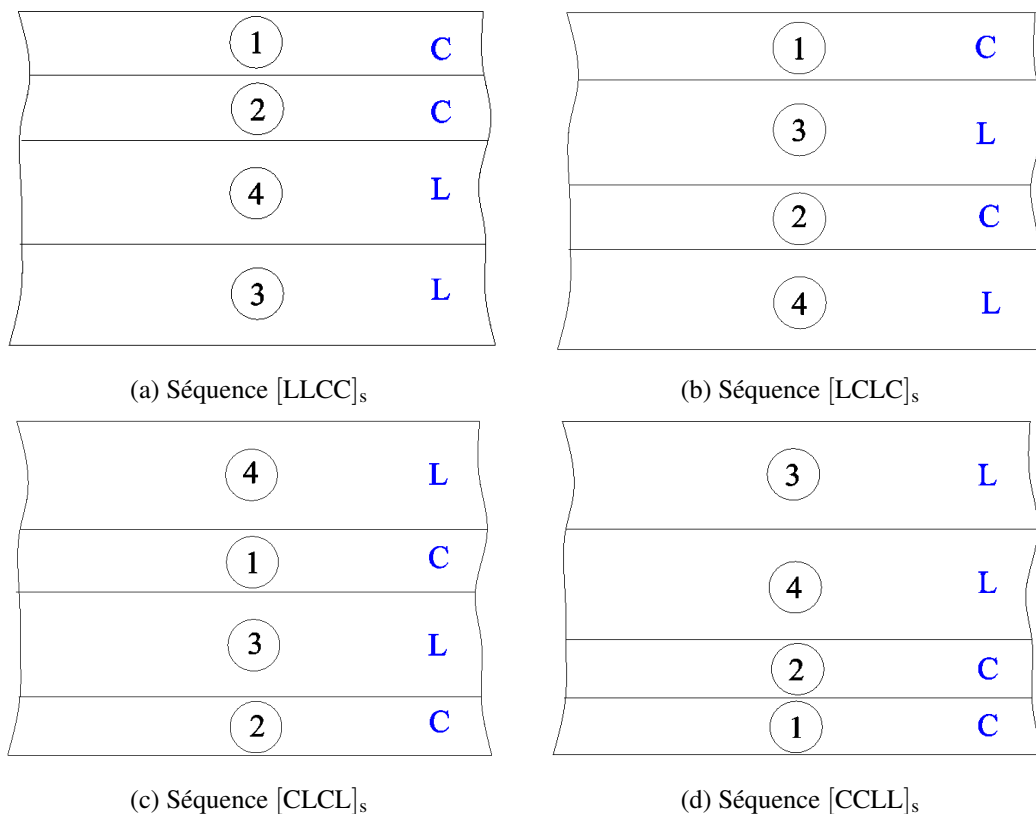


FIGURE 5.16 – Scénarios de rupture en flexion des stratifiés hybrides

Ce résultat montre que la séquence d'empilement des couches a une grande influence sur la rupture des plis. En effet, on pourra par exemple constater que l'ordre de rupture du premier pli diffère suivant la séquence d'empilement des plis de carbone et de lin dans le stratifié. On note aussi que quelque soit la séquence d'empilement, la première rupture a lieu dans une des couches de carbone qu'elles soient situées à l'extérieur ou à l'intérieur. Ceci s'explique par la grande capacité d'élongation des fibres de lin et la grande différence de module d'élasticité entre les fibres de carbone et de lin.

Par ailleurs, il faut remarquer que la contrainte maximale n'est pas nécessairement atteinte sur les

faces externes du composite car on pourrait naturellement s'attendre à ce que la contrainte maximale soit uniquement atteinte sur ces faces (vu que la face inférieure subit l'essentiel du chargement ; elle est notamment soumise à de la traction). Mais les résultats obtenus prouvent clairement que ce n'est pas forcément le cas. En effet, comme nous pouvons l'observer sur les figures 5.12a et 5.13a, la contrainte maximale est également atteinte dans les couches situées à l'intérieur du composite. Une tendance similaire a été retrouvée dans la littérature [6] où il a été démontré à travers une étude de l'influence de la séquence d'empilement sur la rupture en flexion de composites stratifiés symétriques à base de renfort UD en verre avec diverses orientations que la contrainte maximale peut être également atteinte dans les couches internes du matériau et pas nécessairement dans les couches externes. En l'occurrence, nous pouvons citer les séquences  $[LLCC]_s$  et  $[LCLC]_s$  où des couches de lin et de carbone situées à l'intérieur du stratifié ont des contraintes qui atteignent la contrainte maximale.

En termes de résistance, les composites hybrides ayant la couche de carbone à l'extérieur affichent la meilleure propriété. En effet d'après les résultats obtenus, les contraintes au sein de ces couches sont faibles et ne dépassent pas la contrainte maximale (rapports  $\frac{d_c}{d_{max}}$  inférieurs à 1) comparativement aux deux autres séquences qui portent des couches de lin sur leurs faces extérieures. Ceci s'explique par les propriétés mécaniques élevées (résistance et rigidité) des fibres de carbone. Par conséquent, lorsque le stratifié hybride est destiné à des fins requérant de hautes performances mécaniques, il serait plus approprié de placer les couches de lin (en général les couches à fibres à faible résistance) à l'intérieur du stratifié et d'en disposer les couches de carbone (couches à fibres à forte résistance) de part et d'autre.

En général, le pli qui va rompre en premier est le pli de contrainte supérieure. Mais ce n'est pas systématique car d'autres facteurs peuvent aussi faire rompre un pli bien qu'il soit soumis à une faible contrainte. Ces facteurs sont essentiellement la porosité et une mauvaise interface fibres/matrice, particulièrement pour les couches de lin en raison de la structure intrinsèque des fibres de lin et de leur mauvaise compatibilité chimique avec la matrice. En dehors de la rupture des plis, d'autres mécanismes de rupture surviennent également au sein des composites stratifiés : rupture (longitudinale et/ou transversale) de la matrice, décohésion fibre/matrice et délaminage des couches.

Il serait intéressant de pouvoir comparer cette étude de prévision du scénario de rupture des plis avec la réalité expérimentale. Mais malheureusement, cette comparaison ne pourra pas être fournie ici. Pour réaliser cette étude comparative de manière appropriée il aurait fallu mettre en place un dispositif expérimental avec émission acoustique ou avec caméra capable de filmer la tranche de l'éprouvette en condition réelle durant tout le déroulement de l'essai afin que l'ordre de rupture des plis du stratifié puisse être correctement identifié. Mais cela n'a pas été réalisé car l'analyse de prédiction de rupture des plis n'était pas un objectif de départ quand nous réalisions les essais de flexion. Le but était plutôt de caractériser la résistance et le module de flexion de nos plaques composites. Et donc pour cela, la connaissance de l'effort appliqué et celle du déplacement du matériau suffisaient. Néanmoins, nous pensons tout de même que cet exercice aurait été très difficile à réaliser puisque les mouchetis réalisés dans la tranche des éprouvettes ne permettent pas de voir les couches à travers l'épaisseur du composite ni de les distinguer les unes des autres suivant leur nature (lin ou carbone). En outre, observer les éprouvettes après essais ne serait pas non plus très utile ici puisque même si on arrive à détecter les couches rompues, il est tout simplement impossible de savoir quel pli a rompu en premier.

## 5.6 Conclusion

- Une analyse basée sur la théorie classique des stratifiés a été proposée pour étudier l'influence de la séquence d'empilement des couches sur le comportement mécanique des stratifiés fabriqués et pour prédire leur scénario de rupture en flexion ;
- la porosité, l'anisotropie et le type de fibres (fibre ou fil) ont été pris en compte dans le calcul ;
- les expressions générales des grandeurs mécaniques et les hypothèses nécessaires à l'établissement

## CHAPITRE 5. INFLUENCE DE LA SÉQUENCE D'EMPILEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FLEXION DE MATÉRIAUX COMPOSITES STRATIFIÉS HYBRIDES CARBONE/LIN : RIGIDITÉ ET RUPTURE

---

- des relations du comportement du composite ont été données ;
- nous nous sommes particulièrement intéressés au cas des stratifiés symétriques renforcés à base de tissus. Ce type de matériau a un comportement orthotrope avec un couplage membrane-flexion-torsion nul ;
  - les couches tissus ont été modélisées comme un assemblage de deux couches unidirectionnelles orientées l'une à  $0^\circ$  l'autre à  $90^\circ$  ;
  - si la séquence d'empilement a une influence sur le comportement en flexion, elle n'en a aucune sur le comportement en membrane ;
  - un bon accord a été trouvé entre les résultats analytiques et les résultats expérimentaux puisque les modules de flexion calculés sont quasiment égaux à ceux donnés par les essais expérimentaux. Les hybrides ayant la meilleure rigidité sont ceux dont la couche de carbone est à l'extérieur, en particulier celui dont toutes les couches de carbone sont placées à l'extérieur ;
  - le calcul de la contrainte normale à travers l'épaisseur des stratifiés nous a permis de prédire le scénario de rupture des stratifiés hybride en flexion. Les résultats ont montré que la séquence d'empilement a une grande influence sur la charge à rupture d'un composite hybride ;
  - la première rupture intervient dans la couche dont la contrainte  $\sigma_{xx}$  rapportée à la contrainte maximale  $\sigma_0$  est la plus élevée ;
  - les séquences ayant une bonne résistance mécanique en flexion (sur la base du critère de rupture en contraintes maximales) sont les séquences  $[CCLL]_s$  et  $[CLCL]_s$  où la couche de carbone est à l'extérieur.
  - nous avons démontré qu'avec la théorie classique des stratifiés, il est possible de dimensionner des structures composites hybrides malgré la différence qu'on peut observer au niveau des renforts sur plusieurs plans : nature des couches (lin, carbone), type de mèche (fil, fibre), armure (toile, sergé), propriétés mécaniques ...

## **Conclusion générale et perspectives**

De nos jours les composites renforcés par des fibres naturelles sont de plus en plus utilisés en vue de remplacer totalement ou partiellement les composites à fibres synthétiques qui malgré leur excellente résistance mécanique ont non seulement un impact néfaste sur la santé de l'homme et son environnement mais aussi une grande sensibilité au chocs et aux vibrations. Cependant, nonobstant les nombreux avantages qu'elles présentent (disponibilité, faible coût, respect de l'environnement, caractère biodégradable, caractère recyclable, propriétés spécifiques élevées . . . ), ces fibres naturelles contiennent de nombreuses porosités posant pour les composites renforcés à base de ces fibres un problème de tenue mécanique. Ainsi, le développement d'un composite à fibres naturelles ayant les meilleures propriétés possibles passe par la réduction de ces porosités à travers par exemple une optimisation de la mise en œuvre des renforts à fibres naturelles. Pour ce faire, il est important de connaître la capacité de compaction de ces renforts. De plus, afin de répondre aux préoccupations des industriels qui recherchent des matériaux à la fois mécaniquement performants et ayant d'excellentes capacités d'amortissement, une des meilleures solutions est l'utilisation de la technique d'hybridation qui consiste à utiliser au sein d'un même matériau composite deux ou plusieurs types de renfort ayant les propriétés recherchées.

Pour apporter des éléments de réponse à ces problématiques, les travaux réalisés dans cette thèse ont été scindés en deux différentes parties. La première partie est relative à la compréhension du comportement en compaction de renforts fibreux secs. La deuxième est liée au développement et à la caractérisation de matériaux composites stratifiés hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin.

Il nous était nécessaire de comprendre le comportement sous compaction des renforts secs dont sont faits les matériaux composites, car ce phénomène intervient systématiquement lors du procédé de mise en œuvre de ces composites. Durant ce processus, une pression statique constante est appliquée au renfort empilé et lui permet de se compacter suivant son épaisseur par l'intermédiaire du contre-moule, avant l'injection de la résine. Cette compaction transverse réduit logiquement l'épaisseur du renfort et modifie par conséquent les porosités qu'il contient en réduisant leur taille et leur quantité. Ceci favorise une augmentation du taux de fibres du renfort. Ainsi, dans un souci d'optimiser la mise en œuvre et de prédire le taux volumique de fibres ainsi que l'épaisseur de la pièce composite finale, nous avons trouvé pertinent d'étudier la capacité de compaction du renfort sec.

Pour réaliser cette étude, des essais de compaction ont été réalisés sur douze différents renforts secs présentations plusieurs solutions techniques. Les résultats expérimentaux ont été modélisés par la loi puissance de Toll et Manson qui nous a permis de bien reproduire le comportement réel des renforts. Les courbes  $P - V_f$  ont montré que le comportement en compaction d'un renfort sec est constitué de trois régimes (dans l'ordre : linéaire, non-linéaire et linéaire) correspondant respectivement à trois différents mécanismes physiques identifiés grâce à un calcul de raideur. Le premier régime linéaire est lié à la fermeture des espaces entre les plis de la séquence et au redressement des mèches. Le régime non-linéaire correspond au glissement de plis et à l'imbrication des mèches entre elles ; ce phénomène est encore appelé nesting. Enfin la troisième phase correspondant au second régime linéaire est liée à la compression des mèches et des fibres. Nos résultats nous ont permis de mettre en évidence l'importance du nesting dans la capacité de compaction d'un renfort. La comparaison des différents renforts entre eux nous a permis d'identifier les divers paramètres ayant une influence sur leur comportement expérimental en compaction. Ces paramètres sont le grammage, le type d'architecture, le nombre de plis compactés, la nature des fibres ou encore le type de mèches. En raison d'un nesting plus important, un empilement de plusieurs couches de renforts secs est largement plus compactable qu'une séquence à un seul pli. Ce résultat a été vérifié sur l'ensemble des renforts testés dans cette étude. Parce que leurs fibres sont bien alignées, parallèles et toutes orientées dans le même sens, les renforts UD se compactent mieux que les renforts tissés. Cette propriété géométrique des UD favorise le remplissage des espaces vides par glissement des plis et entremêlement des mèches contrairement aux tissés ou aux bi-biais dont le tissage ou la couture bloque le déplacement des mèches. Les renforts à grammage élevé sont également capables de mieux se compacter que ceux dont le grammage est faible car, un grammage supérieur implique une

taille de mèche supérieure favorisant ainsi le contact des mèches entre elles et la possibilité de mouvement en leur sein. Nos résultats ont montré que les renforts synthétiques ont un meilleur comportement en compaction que les renforts naturels. Ceci est expliqué par le fait que ces renforts synthétiques sont moins rugueux, sont continus et sont dotés de fibres bien séparées, bien orientées et ayant des sections lenticulaires uniformes. Enfin l'analyse de l'influence du type de mèches sur la capacité de compaction des renforts a révélé que les mèches de type fil sont moins compactables que les mèches faites en fibres. La rigidité trop importante des mèches de fils empêchant la déformation du tissu explique ce résultat.

La première partie de ce travail nous a permis de montrer que les renforts à fibres de lin se compactent moins bien que les renforts à fibres synthétiques précisément ceux à fibres de carbone et de verre. Les résultats obtenus nous permettent de conclure que pour optimiser la capacité de compaction d'un renfort sec à fibres de lin il faut privilégier un empilement de plusieurs couches à une seule couche, un renfort de type fibres à un renfort de type fil, un renfort de grammage élevé à un renfort de faible grammage ou encore un renfort UD à un bi-biais ou à un tissé. Par conséquent, si on arrive à mettre en place un empilement de plusieurs couches de renfort UD de lin de type fibre et de grammage élevé, on pourra obtenir un taux de fibres en compaction (donc un taux de fibres composite) très important.

Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles constituent aujourd'hui une véritable alternative aux composites à fibres synthétiques conventionnelles. Cependant l'emploi de ces matériaux dans des applications structurelles pose un problème de tenue en service notamment lorsqu'ils sont soumis à de sévères sollicitations. En effet, pour que les composites puissent répondre à des cahiers de charges exigeants, il leur faut de bonnes propriétés mécaniques et dissipatives. Les composites renforcés avec des fibres naturelles possèdent de très bonnes propriétés dissipatives en raison de leur porosité élevée mais sont mécaniquement défaillants. Par contre, les composites à base de fibres synthétiques, malgré leur bonne résistance aux charges, sont très sensibles aux vibrations et aux chocs. Ainsi, un des moyens de développement d'un composite respectant à la fois ces deux exigences est l'utilisation de la technique d'hybridation qui consiste à utiliser au sein d'un même matériau deux différents types de renforts ou plus. Nous avons choisi les fibres de lin pour leur fort pouvoir amortissant et leurs propriétés spécifiques intéressantes, et les fibres de carbone pour leurs bonnes propriétés mécaniques notamment pour leur grande rigidité.

Ayant déjà fait l'objet de plusieurs études au sein de notre laboratoire et de notre école (thèse, stages, projets d'études), ayant une faible capacité de compaction (au vu de nos résultats de compaction) et présentant une grande quantité de porosités (65% de taux volumique de fibres obtenus d'après les résultats de sa caractérisation architecturale), le tissu toile de lin a été choisi pour réaliser les hybridations avec le tissu de carbone qui est quasiment sans porosités et qui possède une excellente capacité de compaction. Quatre différentes séquences hybrides constituées de huit couches ont été élaborées suivant la symétrie miroir : couches de lin à l'extérieur ( $[LLCC]_s$ ), couches de carbone à l'extérieur ( $[CCLL]_s$ ), alternance de couches de lin et de carbone ( $[LCLC]_s$  et  $[CLCL]_s$ ).

La technique d'hybridation a effectivement permis d'améliorer les propriétés de compaction du tissu de lin. Une augmentation de 21,43% du taux de fibres a été observée avec la séquence  $[CCLL]_s$ . En revanche, la séquence d'empilement des couches de lin et de carbone n'a pas d'effet majeur sur les résultats puisque les taux de fibres des quatre séquences d'empilement hybrides sont quasiment les mêmes.

Un procédé de mise en œuvre par infusion de résine de bas vers le haut à travers l'épaisseur du renfort empilé a été mis en place afin d'optimiser la mise en œuvre du composite en maîtrisant toute fuite d'air et de résine. Les plaques composites ont été fabriquées suivant les quatre séquences d'empilement hybrides précitées. Pour des raisons de comparaison, les séquences non-hybrides (100% carbone,  $[CCCC]_s$  et 100% lin,  $[LLLL]_s$ ) ont été également fabriquées. La microstructure des plaques a révélé que le composite lin était très poreux avec 13% de taux de porosités contre 1,16% pour le carbone, en raison de la structure poreuse des fibres de lin, de leur mauvaise adhésion avec la matrice polymère, de l'architecture du tissu de lin et de la mauvaise capacité de compaction de ce tissu... Les résultats ont également montré que la séquence d'empilement a une influence majeure sur la microstructure des plaques hybrides. Nous

avons trouvé que plus les couches de carbone se situent à l'extérieur plus le taux de fibres du composite augmente et plus son taux de porosité baisse. Inversement, plus les couches de lin sont placées à l'extérieur plus le taux de fibres diminue et plus le taux de porosité augmente. Grâce à la présence des couches de carbone à l'extérieur, la meilleure microstructure a été obtenue avec la séquence [CCLL]<sub>s</sub> avec un taux de fibres de 44% et un taux de porosité de 4,03%. Cette séquence permet d'améliorer le taux de fibres du composite lin de plus de 25% et de réduire son taux de porosité de 69%.

Les performances techniques des stratifiés ont été étudiées à travers différents essais de caractérisation : flexion, indentation, choc, essais de vibrations. Afin de mieux analyser l'influence de la séquence d'empilement sur les propriétés des stratifiés hybrides, les propriétés des stratifiés non-hybrides ont été d'abord analysées. En raison des propriétés mécaniques élevées des fibres de carbone (rigidité et résistance), d'une bonne adhérence entre les fibres de carbone et la matrice et d'une bonne adhérence entre les plis de carbone au sein du stratifié, le composite carbone [CCCC]<sub>s</sub> affiche les meilleures caractéristiques mécaniques en flexion (résistance maximale et module), en indentation (dureté et module) et en choc (résilience). En revanche, le composite lin [LLLL]<sub>s</sub> a montré une capacité de déformation et une tolérance aux endommagements supérieures à celles du composite carbone à cause de la ductilité des fibres de lin. De plus, la meilleure performance en termes d'amortissement est offerte par le composite lin, essentiellement grâce au pouvoir amortissant des fibres de lin (structure poreuse) et à la mauvaise adhésion entre les fibres de lin et la matrice.

En ce qui concerne les stratifiés hybrides, nous avons vu que non seulement l'hybridation permet d'améliorer les propriétés des composites lin et carbone mais aussi la séquence d'empilement des couches impacte de manière considérable les propriétés du composite hybride. En flexion, il a été démontré que le module et la résistance augmentaient avec la présence des couches de carbone à l'extérieur. Par contre, la déformation à la rupture en flexion augmente avec la présence des couches de lin à l'extérieur. Le même constat a été fait quant au comportement à l'impact ou au choc où la résilience du composite hybride augmentait avec la disposition des plis de carbone à l'extérieur. Les propriétés d'indentation ont montré que la dureté et le module d'indentation du composite lin s'améliorent significativement avec l'hybridation avec le carbone. Il a été démontré qu'il était mieux de placer les couches de carbone à l'intérieur du composite hybride et les couches de lin à l'extérieur. Dans cette configuration, le bloc carbone interne permet au stratifié de mieux résister à la charge de l'indenteur après que les couches externes en lin aient perdu leur résistance. Les résultats des essais de vibrations (traités par méthode -3dB) ont montré que l'amortissement du composite hybride croissait avec la présence des couches de lin à l'extérieur. La capacité d'amortissement d'un composite hybride est donc contrôlée par le comportement des fibres du ou des plis de l'extérieur.

Sachant que les matériaux de référence sont les composites carbone et lin, la séquence d'empilement hybride qui propose le meilleur compromis dépend du type de sollicitation. Pour les propriétés mécaniques, nous avons vu qu'il s'agissait de la séquence [CCLL]<sub>s</sub> en flexion et en choc tandis qu'en indentation c'était la séquence [LLCC]<sub>s</sub>. Pour les propriétés d'amortissement, la meilleure performance est assurée par la séquence [LLCC]<sub>s</sub>. En effet, par rapport au composite lin, des augmentations de 273%, de 490% et de 130% ont été respectivement observées pour la résistance en flexion, le module en flexion et la résilience avec la séquence [CCLL]<sub>s</sub>. Alors qu'en indentation les propriétés du composite lin ont pu être améliorées de 25% aussi bien pour la dureté que pour le module d'indentation. D'un point de vue amortissement, avec la séquence [LLCC]<sub>s</sub>, les propriétés du composite carbone se sont vues grimper de 184% à 403% suivant les modes de vibration.

Une analyse basée sur la théorie classique des stratifiés avec prise en compte de la porosité, de l'anisotropie et du type de mèches a été proposée dans le dernier chapitre afin d'étudier le comportement théorique des plaques stratifiées hybrides en flexion. Les stratifiés symétriques renforcés à base de tissus ont un comportement élastique orthotrope. Ces tissus de renfort ont été considérés comme une superposition de deux couches UD dont les propriétés sont données par la loi des mélanges. Cette analyse nous a permis de reproduire correctement les propriétés de flexion des différents stratifiés car les modules de



flexion calculés théoriquement sont en bon accord avec les modules de flexion obtenus expérimentalement. Enfin, le calcul des contraintes normales à travers l'épaisseur des stratifiés couplé à un critère de rupture en contraintes nous a permis de prédire le scénario de première rupture des plis. Les résultats ont montré que la séquence d'empilement a un grand impact sur la charge à rupture d'un composite hybride. De plus, nous avons vu que même si la première rupture varie d'une séquence hybride à une autre, elle survient dans un pli de carbone quelle que soit la séquence d'empilement hybride considérée. Ceci est probablement lié à la grande capacité d'allongement des fibres de lin et à la grande différence de module d'Young entre les fibres de lin et les fibres de carbone.

La seconde partie de notre thèse a montré qu'avec la technique d'hybridation, on peut d'une part compenser les propriétés mécaniques moyennes d'un composite à fibres naturelles, en l'occurrence les fibres de lin, et d'autre part, améliorer la mauvaise capacité d'amortissement et de déformation d'un composite à fibres synthétiques en l'occurrence les fibres de carbone. La séquence d'empilement à utiliser sera soit celle dont les couches synthétiques sont disposées à l'extérieur soit celle dont les couches naturelles sont à l'extérieur. Mais le choix à faire parmi ces deux séquences dépendra de l'application visée. Cette deuxième partie de la thèse a également démontré qu'il est bien possible de dimensionner un stratifié hybride malgré les dissemblances de propriétés que peuvent présenter les couches constitutives.

Les études réalisées au cours de cette thèse de doctorat ont permis d'obtenir plusieurs résultats intéressants. Cependant, quelques perspectives d'amélioration peuvent être envisagées pour de futurs travaux :

- comprendre la réaction en compaction des renforts lin lorsqu'on fait varier la vitesse de compaction et lorsqu'on effectue un recompactage<sup>1</sup> ;
- approfondir la compréhension du comportement des stratifiés en indentation notamment le mécanisme de déformation des plis sous l'effet de la contrainte d'indentation en effectuant des observations micrographiques sur la zone indentée voire coupler ces observations avec un modèle éléments finis ;
- comprendre le phénomène de rupture des composites stratifiés en flexion en mettant en place un dispositif expérimental avec émission acoustique ou avec caméra permettant d'observer la tranche de l'éprouvette en temps réel. Cela pourra permettre de comparer les résultats avec ceux prédits par le scénario de rupture donné dans ce travail, et également d'avoir des informations sur le délaminage ;
- optimiser davantage les propriétés des composites hybrides en jouant sur le nombre de plis dans la séquence, sur l'orientation des fibres, sur la fraction volumique de fibres ou en testant d'autres séquences d'empilement des couches ...

---

1. Fait d'exercer plusieurs cycles de compression sur le même renfort.



# Table des figures

1.1	Représentation d'un matériau composite . . . . .	7
1.2	Marché mondial des composites à fibres de verre [10] . . . . .	8
1.3	Application des matériaux composites : position de la France (en tonnage) [10] . . . . .	9
1.4	Classification des fibres naturelles [15, 16] . . . . .	10
1.5	Structure d'une fibre végétale [24] . . . . .	12
1.6	Microstructure d'une fibre élémentaire de lin [40] . . . . .	15
1.7	Courbe contrainte-déformation d'une fibre de lin soumise à un essai de traction monotone [60] . . . . .	18
1.8	Dispersion de résultats (en traction) entre fibres élémentaires de lin (a) et de verre (b) [60, 68] . . . . .	19
1.9	Les différentes configurations du lin [71] . . . . .	20
1.10	Courbes contrainte-déformation de composites renforcés par des fibres de lin avant et après vieillissement hygrothermique [82] . . . . .	22
1.11	Individualisation des fibres de lin dans le composite (images MEB). (a) Hermès, (b) Andrea [66] . . . . .	22
1.12	Courbes contrainte-déformation de composite lin UD/époxy avec un taux volumique de fibres $V_f$ fixé à 40%. (A) fibres non séchées et (B) fibres séchées . . . . .	23
1.13	Courbes contrainte-déformation de composite lin UD/époxy. (a) Effet du taux volumique de fibres, $V_f$ , avec une vitesse de chargement fixée à $10^{-6}\text{s}^{-1}$ , (b) Effet de la vitesse de chargement. [80] . . . . .	23
1.14	Structure 3D de fibres de carbone fabriquées à base de PAN [86] . . . . .	24
1.15	Comportement mécanique de composites carbone et verre/époxy UD et 2D. (a) comportement en traction, (b) rigidité spécifique [89] . . . . .	25
1.16	Réponse mécanique en traction de composites carbone/PPS et carbone/nylon [90] . . . . .	26
1.17	Configurations des stratifiés hybrides. (a) Intercouches et (b) intracouches [93] . . . . .	27
1.18	Effet de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur des composites lin-verre/époxy. (a) Contrainte en fonction de la déformation et (b) Allongement à la rupture en fonction de la fraction volumique de verre [97]. (F : Flax (lin), G : Glass (verre), FFRP : Flax fiber reinforced Polymer (composite renforcé par des fibres de lin), GFRP : Glass fiber reinforced Polymer (composite renforcé par des fibres de verre), ROM : Rule of Mixtures (loi des mélanges) . . . . .	29
1.19	Module d'Young de composites hybrides lin-verre/époxy en fonction de la fraction volumique des fibres de verre [97] . . . . .	30
1.20	Échelles liées aux renforts à base de fibres [99] . . . . .	30
1.21	Exemple de porosités dans un composite (Image MEB) [102] . . . . .	31
1.22	Classification des porosités dans un composite [101] . . . . .	32
1.23	Courbes variation relative de la résistance en cisaillement interlaminaire-taux de porosités pour des composites carbone/époxy [102] . . . . .	33
1.24	Principe du moulage au sac de préimprégnés [109] . . . . .	34

1.25	Moulage par compression (BMC et SMC) [107]	35
1.26	Principe du moulage au contact [109]	36
1.27	L'enroulement filamentaire dans ses trois variantes [107]	36
1.28	Principe du moulage par pultrusion [108]	37
1.29	Principe du procédé RTM [108]	38
1.30	Principe du procédé RFI [108]	38
1.31	Principe du procédé LRI [108]	39
1.32	Réponse typique d'un renfort fibreux en compaction. Courbe épaisseur-pression [112]	41
1.33	Phénomènes résultant du comportement viscoélastique en compaction des renforts. (a) Relaxation, (b) Dépendance à la vitesse de sollicitation et (c) Hystérésis [114]. Au-dessus on a le déplacement imposé en fonction du temps alors qu'en-dessous on a la réponse du renfort en contrainte	41
1.34	Phénomènes de réorganisation d'un renfort multicouches [132]	43
1.35	Les cinq mécanismes intervenant lors de la compaction d'après [135]	43
1.36	Paramètres du modèle de compaction de Gauvin [138]	46
1.37	Validation du modèle de Toll pour des renforts tissés et mats. Courbe pression de compaction en fonction de la porosité [3]	47
1.38	Réponse typique d'un tissu en compression [4]	48
1.39	Processus de compaction d'un tissu [4]	49
1.40	Compaction de renforts mats et tissu 2D [5]	49
2.1	Schéma du dispositif d'infusion	54
2.2	Apparence de la préforme (ici la préforme est en carbone)	55
2.3	Dispositif après infusion (phase de polymérisation)	56
2.4	Cycle de cuisson des plaques composites	57
2.5	Méthodes de découpe des échantillons : laser (a) et scie diamantée (b)	58
2.6	Dispositif de compaction des renforts	59
2.7	Image de la compaction filmée	60
2.8	Les différents types d'indenteurs [146]	61
2.9	Indentation instrumentée : (a) phase d'indentation et (b) courbe charge-décharge [146]	62
2.10	Dispositif utilisé pour nos essais d'indentation	63
2.11	Éprouvette de résilience posée sur deux appuis (sollicitée en flexion 3 points lors du choc avec marteau)	65
2.12	Dispositif expérimental pour l'essai de résilience	66
2.13	Évolution de la déformation de l'éprouvette durant l'essai de flexion. Exemple de la séquence [CCLL]s	68
2.14	Dispositif d'essai de flexion	69
2.15	Validation du calcul de déplacement par CIN (Corrélation d'images numériques)	70
2.16	Représentation d'un essai de flexion trois points et des différents modes de rupture qui y sont liés [150]	71
2.17	Vue d'ensemble du dispositif expérimental du test de vibration	72
2.18	Moniteur affichant un exemple de fonction de transfert	73
3.1	Apparence des renforts lin	77
3.2	Apparence du renfort carbone	78
3.3	Apparence des renforts verre	79
3.4	Schéma montrant le calcul de l'épaisseur $e_i$ pour le tissu de lin 720 g/m <sup>2</sup>	81
3.5	Images illustrant la détermination du taux de remplissage surfacique (exemple du tissu toile de lin) : (a) image d'origine, (b) image rétro éclairée et (c) image seuillée	83
3.6	Ajustement des courbes de compaction (exemple du renfort UD 175 g/m <sup>2</sup> )	86

3.7	Précision de l'ajustement : intervalle de confiance (exemple du renfort UD 175 g/m <sup>2</sup> ) . . .	87
3.8	Calcul des différentes pentes . . . . .	88
3.9	Critère d'identification des phases de compaction . . . . .	88
3.10	Section d'un empilement de tissus 2D à divers degrés de compaction : (a) $V_f = 29\%$ (état non comprimé), (b) $V_f = 38\%$ , (c) $V_f = 46\%$ et (d) $V_f = 62\%$ [153] . . . . .	90
3.11	Influence du nombre de plis : renforts naturels (lin) . . . . .	91
3.12	Influence du nombre de plis : renforts synthétiques (carbone et verre) . . . . .	92
3.13	Comparaison lin UD grille / lin bi-biais . . . . .	93
3.14	Images illustrant les espaces interstitiels dans les renforts . . . . .	95
3.15	Influence du grammage : comparaison UD de lin/UD grille de lin . . . . .	96
3.16	Influence du grammage : comparaison des deux renforts bi-axiaux . . . . .	97
3.17	Influence du grammage : comparaison des deux tissus satins de verre . . . . .	98
3.18	Influence du type de mèches . . . . .	100
3.19	Influence de la nature des fibres . . . . .	102
4.1	Vue zoomée (a) et dessin manuel du tissu toile de lin (b) . . . . .	106
4.2	Dispositif montrant les observations optiques réalisées sur le tissu (a) et Image d'un nœud élémentaire du tissu (b) . . . . .	106
4.3	Images montrant les observations réalisées sur les fils . . . . .	107
4.4	Représentation 3D d'une maille du tissu de lin à armure toile, sous TexGen . . . . .	108
4.5	Exemple d'un échantillon fil avant essai . . . . .	108
4.6	Montage des fils dans les mors de la machine . . . . .	109
4.7	Comportement des fils en traction . . . . .	110
4.8	Effet de la symétrie miroir lors du refroidissement après fabrication d'un stratifié [157] . . . . .	110
4.9	Illustration des séquences d'empilement des couches . . . . .	111
4.10	Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur la compaction : (a) et (b) Séquences non hybrides et, (c) et (d) séquences hybrides . . . . .	113
4.11	Répétabilité des essais : (a) les 5 essais expérimentaux et (b) courbe retenue (essai 5) . . . . .	120
4.12	Comportement des composites lin et carbone en flexion : courbe contrainte-déformation . . . . .	121
4.13	Évolution des propriétés mécaniques des composites lin et carbone . . . . .	121
4.14	Phénomènes de sink-in et de pile-up d'un matériau indenté (A) et les aires de contact correspondants (B) . . . . .	122
4.15	Schéma montrant les différents déplacements intervenant dans la méthode d'Oliver et Pharr . . . . .	123
4.16	Courbe charge-décharge illustrant la méthode d'Oliver et Pharr . . . . .	124
4.17	Étapes d'obtention des propriétés mécaniques des stratifiés composites en indentation . . . . .	128
4.18	Exemple de courbe charge-décharge : méthode d'Oliver et Pharr (essai 1 séquence [LLCC] <sub>s</sub> ) . . . . .	129
4.19	Évolutions du module d'indentation réduit et de la dureté en fonction de la séquence d'empilement (séquences non-hybrides) . . . . .	131
4.20	Schémas montrant l'endommagement des plis après la décharge pour les stratifiés non-hybrides . . . . .	133
4.21	Évolution de la résilience des composites lin et carbone . . . . .	134
4.22	Modes de rupture observés après les essais de choc pour les séquences non-hybrides : la première ligne est relative au composite carbone et la seconde au composite lin . . . . .	136
4.23	Mécanismes d'endommagement des éprouvettes composites carbone et lin . . . . .	136
4.24	Courbe montrant la décroissance de la réponse d'un système pseudopériodique [54] . . . . .	138
4.25	Exemple d'une fonction de réponse en fréquence. Bonne répétabilité des essais . . . . .	139
4.26	Méthode -3dB pour la détermination du coefficient d'amortissement appliquée à un mode propre isolé (a) et à l'ensemble de tous les modes propres (b) . . . . .	139
4.27	Évolution de l'amortissement des composites lin et carbone en fonction de la fréquence . . . . .	141
4.28	Comparaison de toutes les propriétés des composites carbone et lin . . . . .	142

4.29	Comportement en flexion des composites hybrides : courbe contrainte-deformation . . . . .	143
4.30	Évolution des propriétés mécaniques des composites hybrides carbone/lin . . . . .	145
4.31	Évolution du module d'indentation réduit et de la dureté en fonction de la séquence d'empilement (séquences hybrides) . . . . .	147
4.32	Schémas montrant l'endommagement des plis après la décharge pour les stratifiés hybrides	149
4.33	Évolution de la résilience des composites hybrides carbone/lin . . . . .	150
4.34	Modes de rupture observés après les essais de choc pour les séquences hybrides . . . . .	151
4.35	Évolution de l'amortissement des composites hybrides carbone/lin en fonction de la fré- quence . . . . .	152
4.36	Comparaison de toutes les propriétés des séquences hybrides . . . . .	154
4.37	Situation des séquences [CCLL] <sub>s</sub> et [LLCC] <sub>s</sub> par rapport aux composites carbone et lin . . . . .	155
5.1	Poutre sollicitée en flexion 3 points . . . . .	160
5.2	Stratégie de calcul du module de flexion théorique . . . . .	163
5.3	Couche tissu faite d'un assemblage de deux couches unidirectionnelles [6] . . . . .	167
5.4	Stratifié [LLLL] <sub>s</sub> . . . . .	173
5.5	Stratifié [LLCC] <sub>s</sub> . . . . .	174
5.6	Stratifié [LCLC] <sub>s</sub> . . . . .	175
5.7	Stratifié [CLCL] <sub>s</sub> . . . . .	177
5.8	Stratifié [CCLL] <sub>s</sub> . . . . .	178
5.9	Stratifié [CCCC] <sub>s</sub> . . . . .	179
5.10	Évolution des coefficients de rigidité en fonction des séquences d'empilement . . . . .	181
5.11	Répartition des contraintes $\sigma_{xx}$ à travers l'épaisseur des composites non-hybrides : (a) séquence [CCCC] <sub>s</sub> et (b) séquence [LLLL] <sub>s</sub> . . . . .	184
5.12	Scénario de rupture du stratifié [LLCC] <sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes $\sigma_{xx}$ à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport $\frac{d_c}{d_{max}}$ suivant les couches . . . . .	185
5.13	Scénario de rupture du stratifié [LCLC] <sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes $\sigma_{xx}$ à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport $\frac{d_c}{d_{max}}$ suivant les couches . . . . .	186
5.14	Scénario de rupture du stratifié [CLCL] <sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes $\sigma_{xx}$ à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport $\frac{d_c}{d_{max}}$ suivant les couches . . . . .	187
5.15	Scénario de rupture du stratifié [CCLL] <sub>s</sub> : (a) répartition des contraintes $\sigma_{xx}$ à travers l'épaisseur du stratifié : comparaison avec les stratifiés 100% carbone et 100% lin et (b) évolution du rapport $\frac{d_c}{d_{max}}$ suivant les couches . . . . .	188
5.16	Scénarios de rupture en flexion des stratifiés hybrides . . . . .	189

# Liste des tableaux

1.1	Composition des fibres naturelles (%) [17]	11
1.2	Propriétés mécaniques de quelques composites à fibres naturelles longues (TC : Thermo-compression et ISV : Injection sous vide)	14
1.3	Fractions massiques des composants de la fibre de lin (%)	16
1.4	Propriétés géométriques de la fibre lin / Comparaison avec les autres fibres végétales. [56–59]	17
1.5	Propriétés mécaniques des fibres de lin	18
1.6	Propriétés mécaniques de quelques composites à fibres longues de lin (TC : Thermocompression, MPI : Moulage par compression et ISV : Injection sous vide)	21
1.7	Propriétés de quelques fibres de carbone (à base de PAN) [88]	24
1.8	Influence des mécanismes de compaction selon Chen et al. [135]	44
1.9	Quelques valeurs de $c$ et $n$ selon divers auteurs	45
1.10	Effet des paramètres procédés sur les coefficients du modèle de Gauvin [121, 138]	46
2.1	Caractéristiques mécaniques de la matrice époxy (pour 15h de cuisson à 50°C)	53
3.1	Caractéristiques des renforts lin	76
3.2	Caractéristiques du renfort carbone	78
3.3	Propriétés mécaniques des fibres de verre [151]	78
3.4	Caractéristiques des renforts verre	78
3.5	Valeurs des masses volumiques utilisées	80
3.6	Taux de remplissage surfacique des différents renforts	83
3.7	Paramètres du modèle de compaction et coefficients de corrélation entre le fittage et l'expérimental	85
3.8	Influence du nombre de plis : tableau des valeurs de $V_f$ , pour les renforts lin	89
3.9	Influence du nombre de plis : tableau des valeurs de $V_f$ , pour les renforts synthétiques	89
3.10	Comparaison UD / bi-axial : tableau des valeurs de $V_f$	94
3.11	Influence du grammage : tableau des valeurs de $V_f$ pour les 3 groupes de renfort	95
3.12	Influence du type de fibres : tableau des valeurs de $V_f$	99
3.13	Influence de la nature des fibres : tableau des valeurs de $V_f$	101
4.1	Définition des séquences d'empilement des stratifiés. s = symétrie, C = Carbone et L = Lin	110
4.2	Paramètres du modèle de compaction pour les empilements hybrides et coefficient de corrélation entre le fittage et l'expérimental	112
4.3	Influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement en compaction : tableau des valeurs de $V_f$ à P = 1 bar	112
4.4	Caractéristiques des renforts et de la matrice	116
4.5	Quantification de la microstructure des composites stratifiés	116
4.6	Valeurs du paramètre $\varepsilon$ selon le type d'indent [166, 171, 172]	125
4.7	Valeurs des paramètres du modèle pour les stratifiés non-hybrides	130

4.8	Valeurs des différentes profondeurs de pénétration (en mm) pour les stratifiés non-hybrides avec $F_{max} = 5 \text{ kN}$ . . . . .	130
4.9	Valeurs de l'aire de contact projetée pour les stratifiés non-hybrides . . . . .	130
4.10	Valeurs de la raideur de contact pour les stratifiés non-hybrides . . . . .	130
4.11	Évolution de la fréquence propre (a) et de l'amortissement (b) des composites lin et carbone suivant les 4 premiers modes . . . . .	141
4.12	Valeurs des paramètres du modèle pour les stratifiés hybrides . . . . .	146
4.13	Valeurs des différentes profondeurs de pénétration (en mm) pour les stratifiés hybrides avec $F_{max} = 5 \text{ kN}$ . . . . .	146
4.14	Valeurs de l'aire de contact projetée pour les stratifiés hybrides . . . . .	146
4.15	Valeurs de la raideur de contact pour les stratifiés hybrides . . . . .	146
4.16	Évolution de la fréquence propre (a) et de l'amortissement (b) des composites hybrides suivant les 4 premiers modes . . . . .	153
4.17	Gain apporté par la séquence d'empilement $[\text{CCLL}]_s$ au composite lin . . . . .	156
4.18	Gain apporté en indentation par la séquence d'empilement $[\text{LLCC}]_s$ au composite lin . . . . .	156
4.19	Gain apporté par la séquence d'empilement $[\text{LLCC}]_s$ au composite carbone . . . . .	157
5.1	Propriétés des fils du tissu toile de lin [197] . . . . .	162
5.2	Propriétés des fibres de carbone [88, 198–201] . . . . .	162
5.3	Propriétés de la matrice époxy [197] . . . . .	164
5.4	Coefficient d'anisotropie $k_E$ des fibres de lin . . . . .	166
5.5	Coefficients de rigidité $Q_{ij}$ des couches composites . . . . .	171
5.6	Épaisseurs des couches composites de carbone et de lin . . . . .	172
5.7	Valeur de la cote $z_l$ pour le stratifié $[\text{LLLL}]_s$ . . . . .	172
5.8	Valeurs des coefficients $A_{ij}$ et $D_{ij}$ pour le stratifié $[\text{LLLL}]_s$ . . . . .	173
5.9	Valeurs des cotes pour le stratifié $[\text{LLCC}]_s$ . . . . .	174
5.10	Valeurs des coefficients $A_{ij}$ et $D_{ij}$ pour le stratifié $[\text{LLCC}]_s$ . . . . .	175
5.11	Valeurs des cotes pour le stratifié $[\text{LCLC}]_s$ . . . . .	175
5.12	Valeurs des coefficients $A_{ij}$ et $D_{ij}$ pour le stratifié $[\text{LCLC}]_s$ . . . . .	176
5.13	Valeurs des cotes pour le stratifié $[\text{CLCL}]_s$ . . . . .	176
5.14	Valeurs des coefficients $A_{ij}$ et $D_{ij}$ pour le stratifié $[\text{CLCL}]_s$ . . . . .	177
5.15	Valeurs des cotes pour le stratifié $[\text{CCLL}]_s$ . . . . .	178
5.16	Valeurs des coefficients $A_{ij}$ et $D_{ij}$ pour le stratifié $[\text{CCLL}]_s$ . . . . .	179
5.17	Valeur de la cote $z_c$ pour le stratifié $[\text{CCCC}]_s$ . . . . .	179
5.18	Valeurs des coefficients $A_{ij}$ et $D_{ij}$ pour le stratifié $[\text{CCCC}]_s$ . . . . .	180
5.19	Module de flexion des stratifiés : comparaison résultats expérimentaux-résultats théoriques (TCS) . . . . .	182



# Bibliographie

- [1] S. Toll and J. Manson. An analysis of the compressibility of fiber assemblies. *Proceedings of the Sixth International Conference on Fiber-Reinforced Composites, Institute of Materials, Newcastle upon Tyne, UK*, pages 25/1–25/10, 1994.
- [2] R. Gauvin, Y. Lemenn, P. Clerck, and F. Trochu. Compaction and creep behavior of glass reinforcement for liquid composites molding. *Proceedings of the Tenth Annual ASM/ESD. Advanced Composites Conference, Dearborn, Michigan*, pages 357–367, 1994.
- [3] S. Toll. Packing Mechanics of Fiber Reinforcements. *Polymer Engineering & Science*, 38 :1337–1350, 1998.
- [4] M. Matsudaira and H. Qin. Features and mechanical parameters of a fabric’s compressional property. *Journal of Textile Institute*, 86 :476–486, 1995.
- [5] R. Gauvin and M. Chibani. Modelization of the clamping force and mold filling in resin transfer molding. *Proceedings of the 43rd Society of the Plastics Industry Composite Institute*, 1988.
- [6] J-M. Berthelot. *Mécanique des Matériaux et Structures Composites*. 2013.
- [7] T. Poumadère, F. Lachaud, G. Bernhart, R. Piquet, and F. Berthet. Etude du comportement d’un matériau composite réalisé par injection-transfert de fibres mi longues discontinues de carbone et de résine époxyde Investigation of the behaviour of a discontinuous medium length carbon fibres and epoxy resin composite mater. *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, pages 1–9, 2011.
- [8] M. Suresh Advani. *Process modeling in composites manufacturing*. CRC Press, USA, 2010.
- [9] S. Mazumdar. *Composites Manufacturing : Materials, Product, and Process Engineering*. CRC Press LLC, 2002.
- [10] L. Berreur and B. De Maillard. *L’industrie française des matériaux composites*. 2002.
- [11] S. Joshi, L. Drzal, A. Mohanty, and S. Arora. Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites ? *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(3) :371–376, 2004.
- [12] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest. Natural fibres : Can they replace glass in fibre reinforced plastics ? *Composites Science and Technology*, 63(9) :1259–1264, 2003.
- [13] J-L. Wertz. *Les biocomposites et composites polymère-chanvre en particulier*. 2014.
- [14] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M. Belgacem, and A. Dufresne. Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites : Effect of silane coupling agents and fibres loading. *Composites Science and Technology*, 67(7-8) :1627–1639, 2007.
- [15] S. Ramarad. Preparation and properties of kenaf bast fiber filled (plasticized) poly(lactic acid) composites. *Master of Science*, 2008.
- [16] D. Loan. *Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices*. PhD thesis, Université de Dresden, 2006.

- [17] M. Beg. *The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites*. PhD thesis, Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.
- [18] P. Joseph, G. Mathew, K. Joseph, G. Groeninckx, and S. Thomas. Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 34 :275–290, 2003.
- [19] Consultation sur les fibres naturelles. *ESC-fibre consultation*, pages 15–16, 2004.
- [20] K. Satyanarayana, K. Sukumaran, P. Mukherjee, C. Pavithran, and S. Pillai. Natural fibre-polymer composites. *Cement and Concrete Composites*, 12(2) :117–136, 1990.
- [21] A. Bledzki and J. Gassan. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24 :221–274, 1999.
- [22] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman. Flax fibre and its composites - A review. *Composites Part B : Engineering*, 56 :296–317, 2014.
- [23] J. Summerscales, N. Dissanayake, A. Virk, and W. Hall. A review of bast fibres and their composites. Part 1 Fibres as reinforcements. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 41(10) :1329–1335, 2010.
- [24] P. Pereira, M. Rosa, M. Cioffi, K. Benini, A. Milanese, H. Voorwald, and D. Mulinari. Vegetal fibers in polymeric composites : a review. *Polímeros*, 25(1) :9–22, 2015.
- [25] X. Li, L. Tabil, and P. Satyanarayan. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites : A Review. *Polymers and the Environment*, pages 25–33, 2007.
- [26] M. John and D. Rajesh. Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites. *Polymer composites*, pages 187–207, 2008.
- [27] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, and M. Trada. A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B : Engineering*, 42 :856–873, 2011.
- [28] D. Dittenber and H. Gangarao. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43 :1419–1429, 2012.
- [29] S. Mishra, A. Mohanty, L. Drzal, M. Misra, S. Parija, and S. Nayak. Tripathy S.S. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. *Composites Science and Technology*, 63 :1377–385, 2003.
- [30] K. Rao and A. Prasad. Fabrication and testing of naturalfibre composites : vakka, sisal, bamboo and banana. *Materials and Design*, 31 :508–513, 2010.
- [31] Y. Li, L. Xie, and H. Ma. Permeability and mechanical properties of plant fiber reinforced hybrid composites. *Materials and Design*, 86 :313–320, 2015.
- [32] D. Rouison, M. Sain, and M. Couturier. Resin transfer molding of hemp fiber composites : optimization of the process and mechanical properties of the materials. *Composites Science and Technology*, 66 :895–906, 2006.
- [33] A. Choudhury. Isothermal crystallization and mechanical behavior of ionomer treated sisal/HDPE composites. *Materials Science and Engineering : A*, 491 :492–500, 2008.
- [34] M. Brahmakumar, C. Pavithran, and R. Pillai. Coconut fibre reinforced polyethylene composites : effect of natural waxy surface layer of the fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites. *Composites Science and Technology*, 65 :563–569, 2005.
- [35] A. Bledzki and A. Jaszkiwicz. Mechanical performance of biocomposites based on PLA and PHBV reinforced with natural fibres - a comparative study to PP. *Composites Science and Technology*, 70 :1687–1696, 2010.
- [36] K. Oksman, M. Skrivars, and J. Selin. Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. *Composites Science Technologies*, 63 :1317–1324, 2003.

- [37] E. Bodros, I. Pillin, N. Montrelay, and C. Baley. Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications ? *Composites Sciences Technologies*, 67 :462–470, 2007.
- [38] Institut technique du Lin. Du lin à la fibre. *Rapport*, 2008.
- [39] K. Charlet. Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. *Thèse de doctorat, Université de Caen Basse Normandie, France*, 2008.
- [40] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur. Réf : AM5130*, 2013.
- [41] C. Baley. Renforcement des polymères par des fibres végétales. *Revue des Composites et Matériaux Avancés*, 16, 2006.
- [42] C. Baley. Analysis of the flax fibers tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites : Part A*, 33 :939–948, 2002.
- [43] A. Bismark, I. Aranberri-Askargorta, and J. Springer. Surface characterization of flax, hemp and cellulose fibers - Surface properties and the water uptake behaviour. *Polymer composites*, 23 :872–894, 2002.
- [44] S. Batra. *Other long vegetable fibers*. Other long edition, 1998.
- [45] H. Lilholt, H. Toftegaard, A. Thomsen, and A. Schmidt. Natural composites based on cellulosic fibres and polypropylene matrix - Their processing and characterization. *12ème Conférence Internationale sur les Matériaux Composites*, 1999.
- [46] I. Lapierre and P. Belmont. Bilan écologique du lin de la graine au tissu. *Mémoire de fin d'étude. Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles de Roubaix*, 1994.
- [47] D. Hon. *A new dimensional creativity in lignocellulosic chemistry*. Chemical m edition, 1996.
- [48] H. H.Khalil, H. Rozman, M. Ahmad, and H. Ismail. Acetylated plant-fibre-reinforced polyester composites : a study of mechanical, hydrothermal and aging characteristics. *Polymer Plastic Technology Engineering*, 39 :757–781, 2000.
- [49] V. Tserki, N. Zafeiropoulos, F. Simon, and C. Panayiotou. A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. *Composites : Part A*, 36 :1110–1118, 2005.
- [50] Z. Azwa, B. Yousif, A. Manalo, and W. Karunasena. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials and Design*, 47 :424–442, 2013.
- [51] S. Batra. Other long vegetable fibers. *Handbook of fiber science and technology*, 4, 1985.
- [52] M. John and S. Thomas. Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71 :343–364, 2008.
- [53] A. Bourmaud. Contribution à l'étude multi-échelles de fibres végétales et de biocomposites-lin. *Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, France*, 2011.
- [54] K. Cheour. Analyse du comportement en vibration des matériaux composites à fibres végétales. *Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, France*, 2017.
- [55] A. Hallonet. Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin : application au renforcement de structures en béton par collage externe. *Thèse de doctorat, Université de Lyon, France*, 2016.
- [56] H. Lilholt and J. Lawther. *Natural organic fibers*. New York, comprehens edition, 2000.
- [57] M. Harris. Harris's Handbook of textile fibers. *Harris Research Laboratory*, 1954.
- [58] R. Rowell, J. Han, and J. Rowell. Characterization and factors effecting fiber properties. *Natural Polymers and Agrofibers composites*, pages 115–134, 2000.

- [59] H. Stout and J. Jenkins. Comparative strengths of some bast and leaf fibres. *Annales Textiles Belges*, pages 231–251, 1955.
- [60] A. Thuault. Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin. *Thèse de doctorat, Université de Caen Basse Normandie, France*, 2011.
- [61] V. Placet. Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 40(2009) :1111–1118.
- [62] F. Silva and N. Chawla. Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers. *Composites Science and Technology*. 68 :3438–3443, 2008.
- [63] K. Charlet, S. Eve, J. Jernot, M. Gomina, and J. Breard. Tensile deformation of a flax fibre. *Procedia Engineering*, 1 :233–236, 2009.
- [64] S. Alix, E. Philippe, A. Bessadok, L. Lebrun, C. Morvan, and S. Marais. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource Technology*, 100 :893–899, 2009.
- [65] C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and P. Davies. Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43 :1226–1233, 2012.
- [66] G. Coroller, A. Lefeuvre, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and G. Ausias. Effect of flax individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite. *Composites : Part A*, 51 :62–70, 2013.
- [67] I. Pillin, A. Kervoelen, A. Bourmaud, J. Goimard, N. Montrelay, and C. Baley. Could oleaginous flax fibres be used as reinforcement for polymers. *Industrial Crops and Products*, 34 :1556–1563, 2011.
- [68] A. Ridruejo, C. Gonzalez, and J. Llorca. Damage micromechanisms and notch sensitivity of glass-fiber non-woven felts : An experimental and numerical study. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58 :1628–1645, 2010.
- [69] A. Le Duigou, A. Kervoelen, A. Le Grand, M. Nardin, and C. Baley. Interfacial properties of flax fibre epoxy resin systems : Existence of a complex interphase. *Composites Science and Technology*, 100 :152–157, 2014.
- [70] G. Romhany, J. Karger-Kocsis, and T. Czigany. Tensile fracture and failure behavior of technical flax fibres. *Applied Polymer Science*, 90 :3638–3645, 2003.
- [71] N. Barkoula, S. Garkhail, and T. Peijs. Biodegradable composites based on flax/polyhydroxybutyrate and its copolymer with hydroxyvalerate. *Industrial Crops and Products*, 31 :34–42, 2010.
- [72] M. Hughes, J. Carpenter, and C. Hill. Deformation and fracture behaviour of flax fiber reinforced thermosetting polymer matrix composites. *Materials Science*, 42 :2499–2511, 2007.
- [73] B. Muralidhar. Study of flax hybrid preforms reinforced epoxy composites. *Materials & Design*, 52 :835–840, 2013.
- [74] K. Oksman. High quality flax fibre composites manufactured by the resin transfer moulding process. *Reinforced Plastics and Composites*, 20 :621–627, 2001.
- [75] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, and I. Verpoest. Improving the properties of DU flax fibre reinforced composites by applying an alkaline treatment. *Composite Part A*, 37 :1368–1376, 2006.
- [76] S. Liang, P. Gning, and L. Guillaumat. A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 72 :535–543, 2012.

- [77] F. Bensadoun, K. Vallons, L. Lessard, I. Verpoest, and A. Van Vuure. Residual properties and damage evolution of flax-epoxy composites subjected to fatigue loading. In *20th International Conference on Composite Materials*, 2015.
- [78] Y. Ueki, H. Lilholt, and B. Madsen. Fatigue behaviour of uni-directional flax fibre/epoxy composites. *Proceeding 20th International Conference on Composite Materials*.
- [79] S. Liang, P. Gning, and L. Guillaumat. Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 63 :36–45, 2014.
- [80] C. Poilâne, Z. Cherif, F. Richard, A. Vivet, and B. Ben Doudou. Polymer reinforced by flax fibers as a viscoelastoplastic material. *Composite Structures*, 112 :100–112, 2014.
- [81] I. Van de Weyenberg, J. Ivens, A. De Coster, and B. Kino. Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. *Composites Science and Technology*, 63 :1241–1246, 2003.
- [82] D. Scida, M. Assarar, C. Poilâne, and R. Ayad. Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites Part B : Engineering*, 48 :51–58, 2013.
- [83] I. Liu, D. Oehlers, and R. Seracino. Study of Intermediate Crack Debonding in Adhesively Plated Beams. *Journal Compos. Constr, Special issue : recent International Advancements in FRP Research and Application in Construction*, 11 :175–183, 2007.
- [84] X. Huang. Fabrication and Properties of Carbon Fibers. *Materials*, pages 2369–2403, 2009.
- [85] Z. Dai, B. Zhang, F. Shi, M. Li, Z. Zhang, and Y. Gu. Effect of heat treatment on carbon fiber surface properties and fibers/epoxy interfacial adhesion. *Applied Surface Science*, pages 8457–8461, 2011.
- [86] D. Johnson. Structure-property relationships in carbon fibres. *Applied Physics*, pages 286–291, 1987.
- [87] T. Risson. Comportement en fluage de composites à renfort carbone et matrices époxyde et PEEK. *Thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, France*, 1998.
- [88] Z. Jing. Différents traitements de surface des fibres de carbone et leur influence sur les propriétés à l'interface dans les composites fibres de carbone/résine époxyde. *Thèse de doctorat, École centrale des Arts et Manufactures de Paris, France*, 2012.
- [89] S. Drapier. Mécanique des Composites Hautes Performances Version 2. *École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne*, pages 0–79, 2014.
- [90] N. Oya and H. Hamada. Mechanical properties and failure mechanisms of carbon fibre reinforced thermoplastic laminates. *Composites Part A*, pages 823–832, 1997.
- [91] L. Toubal, B. Lorrain, M. Karama, and D. Ratel. Etude du comportement non linéaire d'un composite Carbone / Epoxy. pages 1–6.
- [92] L. Drzal and M. Madhukar. Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties. *Journal of Materials Science*, pages 569–610, 1993.
- [93] Y. Swolfs, L. Gorbatikh, and I. Verpoest. Fibre hybridisation in polymer composites : A review. *Composites Part A*, 67 :181–200, 2014.
- [94] M. Davoodi, S. Sapuan, D. Ahmad, A. Ali, A. Khalina, and M. Jonoobi. Mechanical properties of hybrid kenaf/glass reinforced epoxy composite for passenger car bumper beam. *Materials and Design*, 31 :4927–4932, 2010.
- [95] A. Abu Bakar and H. Khalil. Lignocellulose-based hybrid bilayer laminate composite : part I - studies on tensile and impact behavior of oil palm fiber-glass fiberreinforced epoxy resin. *Journal of Composite Materials*, 39 :663–684, 2005.

- [96] K. Sabeel Ahmed and S. Vijayarangan. Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites. *Journal of Materials Processing Technology*, 207 :330–335, 2008.
- [97] Y. Zhang, Y. Li, H. Ma, and Y. Yu. Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites. *Composites Science and Technology*, 88 :172–177, 2013.
- [98] S. Amico, C. Angrizani, and M. Drummond. Influence of the stacking sequence on the mechanical properties of glass/sisal hybrid composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, pages 1–11, 2008.
- [99] C. Binetruy. Calcul et validation expérimentale de la perméabilité et prévision de l'imprégnation de tissus en moulage RTM. *Thèse de doctorat, École des Mines de Douai, France*, 1996.
- [100] S. Cadinot. Aspects rhéologiques de la compressibilité d'un renfort fibreux pour matériaux composites : Études en compression et relaxation. *Thèse de doctorat, Université du Havre, France*, 2002.
- [101] H. Schoeller. Hydrogéologie. *Ecole Nationale Supérieure du Pétrole, Technip, Paris*, 2 :443, 1955.
- [102] Y. Ledru. Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques. *Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France*, 2009.
- [103] B. Harper, G. Staab, and R. Chen. A note on the effects of voids upon the hygral and mechanical properties of AS4/3502 Graphite/Epoxy. *Journal of Composite Materials*, 21 :280–289, 1987.
- [104] L. Liu, B. Zhang, and D. Wang. Void content in carbon/epoxy composites and its effects on flexural properties. *49th International Sampe Symposium and Exhibition*, pages 254–261, 2004.
- [105] M. Wisnom, T. Reynolds, and N. Gwilliam. Reduction in ILSS by discrete and distributed Voids. *Composites Science and Technology*, 56 :93–101, 1996.
- [106] P. Olivier, J. Cottu, and B. Ferret. Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates. *Composites*, 26 :509–515, 1995.
- [107] M. Mihaluta. Etude de la mise en oeuvre industrielle d'un nouveau procédé de mise en forme de produits composites. *Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, France*, 2011.
- [108] C. Garnier. Etude du comportement dynamique des structures composites réalisées par LRI : application à l'impact et à la fatigue. *Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France*, 2011.
- [109] R. Carreira. Les matériaux composites dans l'industrie des sports et loisirs. *Second congrès du Réseau Français d'Ingénierie du Sport*, 2005.
- [110] T. Nguyen. Analyse expérimentale et numérique de la compaction des renforts fibreux : Application pour la perméabilité. *Thèse de doctorat, INSA, Lyon, France*, 2011.
- [111] J. Renaud. Préformage de tissus 3D interlock de carbone pour la fabrication de composites en injection flexible. *Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada*, 2016.
- [112] J. Gutiérrez. Étude des vibrations mécaniques dans la fabrication des composites par injection sur renfort. *Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada*, 2013.
- [113] B. Gupta and Y. El Mogahzy. Friction in fibrous materials : Part I : Structural model. *Textile Research Journal*, 61 :547–555, 1991.
- [114] S. Bickerton, M. Buntain, and A. Somashekar. The viscoelastic compression behavior of liquid composite molding preforms. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 34 :431–444, 2003.

- [115] C. Rudd, L. Bulmer, D. Morris, and K. Kendall. Compaction and in plane permeability characteristics of quasi unidirectional and continuous random reinforcements. *Materials Science and Technology*, 12 :436–444, 1996.
- [116] R. Saunders, C. Lekakou, and M. Bader. Compression and microstructure of fibre plain woven cloths in the processing of polymer composites. *Composites, Part A*, 29 :443–454, 1998.
- [117] R. Saunders, C. Lekakou, and M. Bader. Compression in the processing of polymer composites. 1 : A mechanical and microstructural study for different glass fabrics and resins. *Composites Science and Technology*, 59 :983–993, 1999.
- [118] F. Robitaille and R. Gauvin. Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. II : Compaction and relaxation of dry and H<sub>2</sub>O-saturated woven reinforcements. *Polymer Composites*, 19 :543–557, 1998.
- [119] Y. Kim, Mc. Carthy, and S. Fanucci. Compressibility and relaxation of fiber reinforcements during composite processing. *Polymer Composites*, 12 :13–19, 1991.
- [120] N. Pearce and J. Summerscales. The compressibility of a reinforcement fabric. *Composites Manufacturing*, 6 :15–21, 1995.
- [121] F. Robitaille, R. Gauvin, and P. Clerck. Compaction of fiber reinforcement for composite manufacturing : a review of experimental results. *Technical Report EPM/RT- 96/04, Ecole Polytechnique de Montréal, Canada*, 1996.
- [122] S. Morel. Contribution à l’optimisation de l’architecture des renforts des composites moulés par injection RTM. *Thèse de doctorat, Université de Lille, France*, 2001.
- [123] B. Chen, A. Cheng, and T. Chou. A non linear compaction model for fibrous preforms. *Composites, Part A*, 32 :701–707, 2001.
- [124] K. Rugg and B. Cox. Deformation Mechanisms of Dry Textile Preforms under Mixed Compressive and Shear Loading. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 23 :1425–1442, 2004.
- [125] I. Roselman and D. Tabor. The friction of carbon fibers. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 9 :2517–2532, 1976.
- [126] B. Cornelissen, B. Rietman, and R. Akkerman. Frictional behaviour of high performance fibrous tows : Friction experiments. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 44 :95–104, 2012.
- [127] S. Lomov, I. Verpoest, M. Barburski, and J. Laperre. Carbon composites based on multi-axial multiply stitched preforms. Part 2. KES-F characterisation of the deformability of the preforms at low loads. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 34 :359–370, 2003.
- [128] G. Hivet, S. Allaoui, B. Cam, P. Ouagne, and D. Soulat. Design and potentiality of an apparatus for measuring yarn/yarn and fabric/fabric friction. *Experimental mechanics*, 52 :1123–1136, 2012.
- [129] S. Lomov and I. Verpoest. Compression of woven reinforcements : a mathematical model. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 19 :1329–1350, 2000.
- [130] Z. Chen, L. Ye, and T. Kruckenberg. A micromechanical compaction model for woven fabric preforms. Part I : Single layer. *Composites Science and Technology*, 66 :3254–3262, 2006.
- [131] Z. Chen and L. Ye. A micromechanical compaction model for woven fabric preforms. Part II : Multilayer. *Composites Science and Technology*, 66 :3263–3272, 2006.
- [132] T. Kruckenberg, L. Ye, and R. Paton. Static and vibration compaction and microstructure analysis on plain-woven textile fabrics. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39 :488–502, 2008.
- [133] F. Robitaille and R. Gauvin. Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. III : Reorganization of the fiber network. *Polymer Composites*, 20 :48–61, 1999.

- [134] A. Somashekar, S. Bickerton, and D. Bhattacharyya. Exploring the non-elastic compression deformation of dry glass fibre reinforcements. *Composites Science and Technology*, 67 :183–200, 2007.
- [135] B. Chen, E. Lang, and T. Chou. Experimental and theoretical studies of fabric compaction behavior in Resin Transfer Molding. *Materials Science and Engineering A*, 317 :188–196, 2001.
- [136] C. Lekakou, M. Johari, and M. Bader. Compressibility and flow permeability of two dimensional woven reinforcements in the processing of composites. *Polymer Composites*, 17 :666–672, 1996.
- [137] R. Saunders, C. Lekakou, and M. Bader. Compression in the processing of polymer composites. 2 : Modelling of the viscoelastic compression of resin-impregnated fibre networks. *Composites Science and Technology*, 59 :1483–1494, 1999.
- [138] F. Robitaille and R. Gauvin. Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. I : Review of experimental results. *Polymer Composites*, 19 :198–216, 1998.
- [139] Y. Luo and I. Verpoest. Compressibility and relaxation of a new sandwich textile preform for liquid composite molding. *Polymer Composites*, 20 :179–191, 1999.
- [140] L. Trevino, K. Rupel, W. Young, M. Liou, and L. Lee. Analysis of resin injection molding in molds with preplaced fiber mats. I : permeability and compressibility measurements. *Polymer Composites*, 12 :20–29, 1991.
- [141] A. Endruweit and A. Long. Analysis of compressibility and permeability of selected 3D woven reinforcements. *Journal of Composite Materials*, 44 :2833–2862, 2010.
- [142] C. Van Wyk. Note on the Compressibility of Wool. *Journal of the Textile Institute*, 37 :T285–T292, 1946.
- [143] J. Quinn and J. Randall. Proceedings of the 4th International Technical Conference on the Fibre-Reinforced Composites. *Institution of Mechanical Engineers, Liverpool*, pages 105–112, 1990.
- [144] C. Wu, T. Wang, and L. Lee. Trans-plane fluid permeability measurement and its applications in liquid composite molding. *Polymer Composites*, 15 :289–298, 1994.
- [145] M. Pucci, P. Liotier, and S. Drapier. Capillary effects on flax fibers - Modification and characterization of the wetting dynamics. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 77 :257–265, 2015.
- [146] E-H. Brahim. Apport des outils d ’ optimisation pour l ’ identification des lois de comportement mécanique des matériaux. *Thèse de doctorat, Université de Lille 1, France*, 2015.
- [147] D. François. Essais de rupture Essais par choc. *Techniques de l’ingénieur*, 33(0) :0–19, 2013.
- [148] G. Crammond, S. Boyd, and J. Dulieu-Barton. Speckle pattern quality assessment for digital image correlation. *Optics and Lasers in Engineering*, 51(12) :1368–1378, 2013.
- [149] P. Vacher. <http://int.polytech.univ-smb.fr/index.php?id=1872>. *Laboratoire SYMME*.
- [150] J. Aucher. Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. *Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Rouen, France*, 2009.
- [151] A. Berthereau and E. Dallies. Fibres de verre de renforcement. *Techniques de l’ingénieur*, 33(am5132) :1–19, 2008.
- [152] T. Ouahbi, C. Park, A. Saouab, P. Ouagne, and J. Bréard. Identification of preform compressibility by inverse method. *The 9th International Conference on Flow Processes in Composite Materials Montréal (Québec), Canada*, 2008.
- [153] B. Chen, E. Lang, and T. Chou. Experimental and theoretical studies of fabric compaction behavior in resin transfer molding. *Materials Science and Engineering A*, 317(1-2) :188–196, 2001.



- [154] D. Shah. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters : A critical review. *Journal of Materials Science*, 48(18) :6083–6107, 2013.
- [155] B. Madsen. Properties of plant fibre yarn polymer composites - an experimental study. *PhD, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark*, 2004.
- [156] D. Shah, D. Porter, and F. Vollrath. Opportunities for silk textiles in reinforced biocomposites : Studying through-thickness compaction behaviour. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 62 :1–10, 2014.
- [157] C. Bouvet. Dimensionnement des structures composites : Applications à l’aéronautique. *ISTE Editions*, page 316, 2018.
- [158] H. Abdellaoui, R. Bouhfid, J. Echaabi, and A. Quais. Experimental and modeling study of viscoelastic behaviour of woven dried jute under compressive stress. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34(5) :405–420, 2015.
- [159] A. Hammami and B. Gebart. Analysis of the vacuum infusion molding process. *Polymer Composites*, 21(1) :28–40, 2000.
- [160] T-H. Le. Rhéologie et microstructures des matériaux composites à matrice polymèrethermodurcissable chargée minéralement et renforcée par des fibres de verre. *Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I, France*, 2008.
- [161] M. Rask and B. Madsen. Twisting of fibres in yarns for natural fibre composites. *18th International Conference on Composite Materials*, pages 1–5, 2011.
- [162] Y. Song. Évaluation de l’apport simultané des coutures sur la perméabilité des préformes cousues et sur les performances mécaniques des structures composites cousues. *Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, France*, 2015.
- [163] X. Liu. Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation. *Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, France*, 2017.
- [164] A. Fischer-Cripps. Nanoindentation Testing, Introduction to Contact Mechanics. *Springer New York, New York, NY*, pages 20–35, 2000.
- [165] A. Bolshakov and G. Pharr. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of materials research*, 13(4) :1049–1058, 1998.
- [166] I. Sneddon. Relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Sciences*, 3(638) :47–57, 1965.
- [167] H. Hertz. Über die Berührung fester elastischer Körper. *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, 92 :156–171, 1882.
- [168] M. Doerner and W. Nix. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research*, 1(4) :601–609, 1986.
- [169] W. Oliver and G. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus. *Journal of Materials Research*, 7 :1564–1583, 1992.
- [170] J. Field and M. Swain. A simple predictive model for spherical indentation. *Journal of Materials Research*, 8 :297–306, 1993.
- [171] G. Pharr and A. Bolshako. Understanding nanoindentation unloading curves. *Journal of Materials Research*, 17(2) :2660–2671, 2002.
- [172] W. Oliver and G. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19 :3–20, 2004.

- [173] R. King. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *International Journal of Solids and Structures*, 23(12) :1657–1664, 1987.
- [174] A. Fischer-Cripps. A review of analysis methods for sub-micron indentation testing. *Vacuum*, 58 :569–585, 2000.
- [175] J. Delgado. Détermination des propriétés mécaniques et des lois de comportement en fluage par indentation instrumentée. *Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille, France*, 2009.
- [176] Q. Kan, W. Yan, G. Kang, and Q. Sun. Journal of the Mechanics and Physics of Solids Oliver - Pharr indentation method in determining elastic moduli of shape memory alloys - A phase transformable material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61(10) :2015–2033, 2015.
- [177] H. Zhao, Y. Zhong, and Z. Ma. Effects of indentation depth on micro hardness and scratch behavior of thin composite laminate. *Journal of Alloys and Compounds*, 680 :105–108, 2016.
- [178] M. Kumar, A. Prasad, and D. Ravishankar. Effect of Indenter loading Rate on Hybridized composite Laminates Subjected to Quasi-static indentation. *Research Journal of Material Sciences*, 2(4) :1–6, 2014.
- [179] O. Jorgensen, A. Giannakopoulos, and S. Suresh. Spherical indentation of composite laminates with controlled gradients in elastic anisotropy. *International Journal of Solids Structures*, 35(36) :5097–5113, 1998.
- [180] C. Kumar, V. Arumugam, and C. Santulli. Characterization of indentation damage resistance of hybrid composite laminates using acoustic emission monitoring. *Composites Part B*, 111 :165–178, 2017.
- [181] Z. Al-hajaj, B. Lawrence, H. Bougherara, and R. Zdero. Impact properties of a new hybrid composite material made from woven carbon fibres plus flax fibres in an epoxy matrix. *Composite Structures*, 208 :346–356, 2019.
- [182] M. Jawaid, S. Sapuan, and O. Aloth. Green Biocomposites : Manufacturing and Properties. *Springer*, page 409, 2016.
- [183] H. Dhakal, Z. Zhang, R. Guthrie, J. Macmullen, and N. Bennett. Development of flax/carbon fibre hybrid composites for enhanced properties. *Carbohydrate Polymers*, 96(1) :1–8, 2013.
- [184] A. Ismail, S. Khalid, and N. Nor. A Review on the Perforated Impact Energy Absorption of Kenaf Fibres Reinforced Composites. *Journal of Physics : Conference Series*, 914, 2017.
- [185] A. Camposo, S. Neves, F. Salgado, D. Assis, F. Muylaert, F. Santos, and F. Oliveira. Charpy impact tenacity of epoxy matrix composites reinforced with aligned jute fibers. *Journal of Materials Research and Technology*, 6(4) :312–316, 2017.
- [186] W. Hufenbach, F. Marques Ibrahim, A. Langkamp, R. Bohm, and A. Hornig. Charpy impact tests on composite structures - An experimental and numerical investigation. *Composites Science and Technology*, 68 :2391–2400, 2008.
- [187] M. Bulut and Y. Bozkurt. Hybridization Effects on Charpy Impact Behavior of Basalt / Aramid Fiber Reinforced Hybrid Composite Laminates. *Polymer Composites*, 39 :467–475, 2018.
- [188] G. Oliveira, F. Muylaert, C. Gomes, and D. Ribeiro. Charpy Impact Tests of Epoxy Composites Reinforced with Giant Bamboo Fibers. *Materials Research*, 18(Suppl 2) :178–184, 2015.
- [189] C. Poilâne, A. Vivet, L. Momayez, B. Doudou, M. Ayachi, and J. Chen. Propriétés mécaniques de préimprégnés lin / époxyde = Mechanical properties of flax/epoxy industrial prepreps. *JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France*, 2009.
- [190] F. Duc, P-E. Bourban, and J-A. Manson. Dynamic mechanical properties of epoxy/flax fibre composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33(17) :1625–1633, 2014.

- [191] F. Duc, P. Bourban, and J-A. Manson. The role of twist and crimp on the vibration behaviour of flax fibre composites. *Composites Science and Technology*, 102 :94–99, 2014.
- [192] J. Vanwalleghem, I. De Baere, S. Huysman, L. Lapeire, K. Verbeken, A. Nila, S. Vanlanduit, M. Loccufer, and W. Van Paepegem. Effective use of transient vibration damping results for non-destructive measurements of fibre-matrix adhesion of fibre-reinforced flax and carbon composites. *Polymer Testing*, 55 :269–277, 2016.
- [193] L. Yan. Effect of alkali treatment on vibration characteristics and mechanical properties of natural fabric reinforced composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31(13) :887–896, 2012.
- [194] M. Ben Ameer, J. Rebiere, A. El Mahi, M. Beyaoui, and M. Abdennadher. Propriétés dynamiques des composites stratifiés à fibres hybrides lin/carbone. *14 ème Congrès Français d’Acoustique, Avril 2018*, pages 997–1001.
- [195] F. Duc, P. Bourban, C. Plummer, and J. Manson. Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 64 :115–123, 2014.
- [196] P. Vannucci. Matériaux composites structuraux. 2017.
- [197] M. Fehri. Comportements mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles. *Thèse de doctorat, Université de Caen Basse Normandie, France*, 2018.
- [198] H. Miyagawa, T. Mase, C. Sato, E. Drown, L. Drzal, and K. Ikegami. Comparison of experimental and theoretical transverse elastic modulus of carbon fibers. *Carbon*, 44 :2002–2008, 2006.
- [199] D. Mounier, C. Poilâne, C. Bûcher, and P. Picart. Evaluation of transverse elastic properties of fibers used in composite materials by laser resonant ultrasound spectroscopy. 2012.
- [200] S. Ramdoun, H. Fekirini, F. Bouafia, S. Benbarek, B. Serier, and L. Feo. Carbone/epoxy interface debond growth using the Contour Integral/Cohesive zone method. *Composites Part B*, 2018.
- [201] D. Chung. Carbon Fiber Composites. 1994.
- [202] D. Scida, A. Bourmaud, and C. Baley. Influence of the scattering of flax fibres properties on flax/epoxy woven ply stiffness. *Materials & Design*, 2017.
- [203] K. Goto, M. Arai, T. Matsuda, and G. Kubo. Elasto-viscoplastic analysis for negative through-the-thickness Poisson’s ratio of woven laminate composites based on homogenization theory. *International Journal of Mechanical Sciences*, pages 455–461, 2017.
- [204] E. Sparnins. Mechanical Properties of Flax Fibers and Their Composites. *Luleå University of Technology, Sweden*, 2009.
- [205] Jr. Cichocki and J. Thomason. Thermoelastic anisotropy of a natural fiber. *Composites Science and Technology*, 62 :669–678, 2002.
- [206] B. Madsen and H. Lilholt. Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites - an evaluation of the influence of porosity. *Composites Science and Technology*, 63 :1265–1272, 2003.
- [207] A. Thygesen, A. Belinda, G. Daniel, and H. Lilholt. Comparison of composites made from fungal defibrated hemp with composites of traditional hemp yarn. *Industrial Crops and Products*, 25 :147–159, 2007.
- [208] H. Toftegaard and H. Lilholt. Effective stiffness and strength of flax fibres derived from short fibre laminates. *Proceedings of the 23rd international Symposium on Materials Science, Roskilde*, pages 325–334, 2002.
- [209] T. Falher, A. Vivet, N. Ouail, B. Ben, Z. Cherif, C. Poilâne, and J. Chen. Influence of Textile Treatment on Mechanical and Sorption Properties of Flax / Epoxy Composites. *Polymer composites*, 34 :1761–1773, 2013.

