



**HAL**  
open science

# Vieillissement de matériaux hybrides composites biosourcés/métal sous sollicitations thermiques et hydriques. Application au développement de mobiliers urbains ultra légers et durables

Noëlle Edwige Ngoufo Donkeng

► **To cite this version:**

Noëlle Edwige Ngoufo Donkeng. Vieillissement de matériaux hybrides composites biosourcés/métal sous sollicitations thermiques et hydriques. Application au développement de mobiliers urbains ultra légers et durables. Mécanique [physics]. Université Bourgogne Franche-Comté, 2021. Français. NNT : 2021UBFCK019 . tel-03551959

**HAL Id: tel-03551959**

**<https://theses.hal.science/tel-03551959>**

Submitted on 2 Feb 2022

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

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



**THESE DE DOCTORAT DE L'ETABLISSEMENT UNIVERSITE BOURGOGNE FRANCHE-COMTE  
PREPAREE A L'UNIVERSITE DE BOURGOGNE**

Ecole doctorale n°37

Ecole doctorale Science pour l'Ingénieur et Microtechniques (ED SPIM)

Doctorat de Mécanique et Energétique

Par

Mme NGOUFO DONKENG Noëlle Edwige

Vieillessement de matériaux hybrides composites biosourcés/métal soumis à des sollicitations thermiques et hydriques. Application au développement de mobiliers urbains ultra légers et durables

Thèse présentée et soutenue à Dijon, le 22/03/2021

**Composition du Jury :**

M. FONTAINE Stéphane	Professeur, Arts et Métiers Metz	Président
M. IENNY Patrick	Professeur, Mine d'Alès	Rapporteur
M. OUAGNE Pierre	Professeur, ENIT	Rapporteur
Mme CHARLET Karine	Maître de Conférences HDR, SIGMA Clermont	Examinatrice
M. BROSSARD Jean-Michel	Responsable R&D Matériaux, Veolia	Examineur
M. PLACET Vincent	Ingénieur de Recherche HDR, UFC	Directeur de thèse
M. ROUSSEAU Jérôme	Maître de Conférences, ISAT	Codirecteur de thèse
M. CHEVALIER Sébastien	Professeur, Université de Bourgogne	Codirecteur de thèse
Mme El KHAMLICHI Aïcha	Ingénieure Produits Biosourcés, ADEME	Invitée
Mme GUEY Catherine	Directrice ESR, Région BFC	Invitée





**THESE DE DOCTORAT DE L'ETABLISSEMENT UNIVERSITE BOURGOGNE FRANCHE-COMTE  
PREPAREE A L'UNIVERSITE DE BOURGOGNE**

Ecole doctorale n°37

Ecole doctorale Science pour l'Ingénieur et Microtechniques (ED SPIM)

Doctorat de Mécanique et Energétique

Par

Mme NGOUFO DONKENG Noëlle Edwige

Vieillessement de matériaux hybrides composites biosourcés/métal soumis à des sollicitations thermiques et hydriques. Application au développement de mobiliers urbains ultra légers et durables

Thèse présentée et soutenue à Dijon, le 22/03/2021

**Composition du Jury :**

M. FONTAINE Stéphane	Professeur, Arts et Métiers Metz	Président
M. IENNY Patrick	Professeur, Mine d'Alès	Rapporteur
M. OUAGNE Pierre	Professeur, ENIT	Rapporteur
Mme CHARLET Karine	Maître de Conférences HDR, SIGMA Clermont	Examinatrice
M. BROSSARD Jean-Michel	Responsable R&D Matériaux, Veolia	Examineur
M. PLACET Vincent	Ingénieur de Recherche HDR, UFC	Directeur de thèse
M. ROUSSEAU Jérôme	Maître de Conférences, ISAT	Codirecteur de thèse
M. CHEVALIER Sébastien	Professeur, Université de Bourgogne	Codirecteur de thèse
Mme El KHAMLICHI Aïcha	Ingénieure Produits Biosourcés, ADEME	Invitée
Mme GUEY Catherine	Directrice ESR, Région BFC	Invitée



# Remerciements

Avant tout, je remercie infiniment Dieu sans Qui je n'aurais pas pu accomplir et achever ce travail.

J'adresse mes profonds remerciements à l'ADEME et à la Région Bourgogne-Franche-Comté pour le financement de ces travaux de thèse.

J'aimerais exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse Vincent Placet et à mes co-directeurs de thèse Jérôme Rousseau, et Sébastien Chevalier pour leur encadrement, leur grande patience, leurs encouragements, et leurs conseils avisés.

J'aimerais adresser mes remerciements les plus sincères au Professeur Fontaine Stéphane l'initiateur de ce projet et le Président du jury de ma thèse. Je remercie également profondément tous les membres de mon jury de thèse pour avoir accepté de participer à mon jury et pour toutes leurs remarques pertinentes sur mes travaux.

Je remercie toutes les équipes des laboratoires DRIVE, ICB et FEMTO-ST pour leurs contributions de près ou de loin à l'avancement de mes travaux de thèse. Je remercie vivement Violaine Guicheret-Retel pour sa contribution dans l'étude de sensibilité. Je tiens également à adresser mes sincères remerciements à l'équipe de l'IFFSTAR particulièrement à Laetitia Van-Schoors, à Sandrine Moscardelli et à Fabienne Farcas pour leurs riches contributions dans les analyses physico-chimiques. Je remercie profondément Martine Aimé pour son grand soutien dans mes démarches administratives, pour sa bonne humeur et pour tous ses délicieux gâteaux.

Je remercie chaleureusement tous mes collègues doctorants, Adadé, Corentin, Mélanie, Agnès, Vincent, Arnold et tous les autres. J'adresse un grand merci particulièrement à Gérémie Postdam. Merci pour ta disponibilité et tes conseils, tu m'as beaucoup appris en si peu de temps, merci à toi Gérémie!

Enfin, un grand merci à ma famille, à la famille Castanou, à la famille Hamy, à la famille Woly, à la famille Boulingui, à la famille Tah, à la famille ICC Dijon et à toute la grande famille ICC. Merci du fond du cœur!



# Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Etude bibliographique .....	5
I. Matériaux hybrides stratifiés composites/métal .....	5
I.1 Constitution des matériaux hybrides stratifiés composites/métal.....	5
I.2 Procédé de fabrication .....	6
I.3 Configurations et notations.....	7
I.4 Méthode d'assemblage : assemblage par collage du métal sur un composite à matrice thermoplastique.....	7
II. Caractérisation mécanique .....	9
II.1 Essais d'impact.....	9
II.2 Essais de flexion.....	12
III. Vieillessement hygrothermique et hydrothermique .....	15
III.1 Vieillessement des composites : cas des composites à fibres végétales.....	15
III.2 Vieillessement des stratifiés composites/métal .....	20
IV. Vieillessement au brouillard salin.....	24
IV.1 Conditions d'essai.....	25
IV.2 Mécanisme de corrosion de l'essai au brouillard salin.....	25
IV.3 Vieillessement au brouillard salin des stratifiés composites/métal .....	26
V. Cyclage thermique sur stratifiés hybrides composites/métal.....	28
VI. Fin de vie des matériaux.....	32
VI.1 Fin de vie des métaux .....	32
VI.2 Fin de vie des composites biosourcés .....	33
VI.3 Fin de vie d'assemblages multi-composants .....	37
VII. Conclusion .....	38
Chapitre 2 : Matériaux et techniques expérimentales .....	39
I. Matériaux d'étude .....	39
I.1 Critères de choix des constituants .....	39
I.2 Métal.....	40
I.3 Fibres et résines .....	41
I.4 Films adhésifs .....	43
II. Procédé de fabrication.....	43
II.1 Cas des hybrides fabriqués à partir du Flaxpreg T-UD.....	44
II.2 Cas des hybrides fabriqués à partir du composite lin-époxy tissu (Flaxply BL 300) .....	47
II.3 Cas des matériaux fabriqués à partir des composites lin-PP (Nattex).....	48

II.4 Découpe.....	52
III. Techniques de caractérisation.....	52
III.1 Techniques de caractérisation mécanique.....	52
III.2 Techniques de caractérisation microstructurale.....	58
III.3 Technique de caractérisation thermique.....	59
III.4 Techniques de caractérisation chimique.....	61
IV. Méthodes théoriques et numériques.....	63
IV.1 Approches analytiques.....	63
IV.2 Méthode d'analyse de sensibilité.....	69
V. Conclusion.....	70
Chapitre 3 : Comportement mécanique des matériaux hybrides.....	71
I. Propriétés des constituants des matériaux hybrides.....	71
I.1 Acier.....	72
I.2 Composites.....	73
II. Matériaux hybrides à composite à matrice thermodurcissable : influence de la stratification et de la méthode d'assemblage sur les propriétés mécaniques.....	78
II.1 Influence de l'utilisation de films adhésifs sur les propriétés mécaniques de l'hybride.....	78
II.2 Influence de la séquence d'empilement sur les propriétés de l'hybride.....	81
II.3 Influence de la répartition des couches d'acier dans l'hybride sur ses propriétés mécaniques.....	84
II.4 Confrontation des résultats expérimentaux aux valeurs théoriques.....	90
III. Matériau hybride à matrice thermoplastique : comportement et propriétés en flexion et à l'impact.....	93
III.1 Caractérisation expérimentale.....	93
III.2 Confrontation des résultats expérimentaux et des prévisions théoriques.....	96
IV. Analyse de sensibilité paramétrique.....	97
V. Comparaison de différentes solutions de matériau.....	105
V.1 Comparaison de solutions hybrides à matrice thermodurcissable et matrice thermoplastique.....	105
V.2 Comparaison de solutions hybrides Nattex et de solutions hybrides à âme PP seul.....	108
V.3 Comparaison des solutions hybrides vis-à-vis de quelques solutions monomatériaux.....	110
VI. Conclusion.....	113
Chapitre 4 : Vieillissement.....	115
I. Vieillissement hydrothermique.....	115
I.1 Protocole.....	115

I.2 Mesure d'absorption d'eau .....	117
I.3 Influence du vieillissement hydrothermique sur le composite Nat .....	118
I.4 Influence du vieillissement hydrothermique sur l'hybride .....	128
II. Vieillissement thermique .....	136
II.1 Protocole.....	136
II.2 Influence du vieillissement thermique sur le composite Nat .....	138
II.3 Influence du vieillissement thermique sur l'hybride .....	150
III. Conclusion .....	151
Conclusion générale et perspectives.....	153
Références .....	157
Liste des figures .....	169
Liste des tableaux .....	175



# Introduction générale

Durant ces dernières décennies, les matériaux composites se sont progressivement imposés dans plusieurs secteurs industriels tels que l'aéronautique, le nautisme, l'automobile, le sport. Le grand intérêt porté à ces matériaux est motivé, entre autres, par leur faible densité, leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées et la liberté de forme et de conception qu'ils offrent. Dans le secteur de l'aéronautique, les composites sont ainsi très appréciés pour des besoins d'allègement des structures. Les alliages de métal tel que l'aluminium sont également très employés dans ce secteur. Ce dernier a cependant été confronté aux faiblesses de chacune des deux grandes familles de matériaux utilisés : les faibles propriétés en fatigue de l'aluminium, et la faible résistance à l'impact des composites.

La recherche de solutions pour pallier ces problèmes a fait naître une nouvelle famille de matériaux beaucoup plus performants. Ces matériaux connus sous le nom anglais de « Fiber Metal Laminate (FML) » sont nés dans la faculté d'ingénierie aérospatiale de Delft aux Pays-Bas (Asundi & Choi, 1997). Il s'agit d'assemblages hybrides qui consistent en une alternance de plis de composites et de minces feuilles de métal. Ces matériaux hybrides ont permis d'accéder à des propriétés remarquables : excellentes propriétés en fatigue, résistance et rigidité spécifiques élevées, énergie d'absorption élevée, grande résistance aux chocs, tout en limitant les inconvénients des deux classes de matériaux mis en jeu (Sinmazçelik, Avcu, Bora, & Çoban, 2011). Les premières générations de stratifiés composites/métal (SCM) sont connues sous le nom de : ARALL (Aramide Reinforced Aluminium Laminate), CARALL (Carbon Reinforced Aluminium Laminate) et GLARE (Glass Reinforced Epoxy Laminate), fabriqués respectivement à partir de renforts de fibres d'aramide, de verre et de carbone, et de couches métalliques en aluminium (Patil, Mulik, Wangikar, & Kulkarni, 2018 ; Sinmazçelik et al., 2011).

Jusqu'ici, les plis de composites utilisés dans les hybrides stratifiés composites/métal sont principalement à base de résines époxy thermodurcissables présentant de hautes performances en température et de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, leur comportement fragile et leur durée de mise en œuvre assez longue (Compston, Cantwell, Jones, & Jones, 2001 ; Vieira, dos Santos, Panzera, Rubio, & Scarpa, 2017) ont conduit à proposer d'introduire des composites à matrice thermoplastique dans les hybrides SCM en raison de leur facilité de mise en œuvre et de leur recyclabilité (Carrillo & Cantwell, 2009 ; Compston et al., 2001 ; Gonzalez-Canche, Flores-Johnson, & Carrillo, 2017 ; Reyes & Kang, 2007 ; Santiago, Cantwell, & Alves, 2017). Cette idée a donné lieu à une série de travaux ayant pour but d'évaluer leurs propriétés. Même s'il est vrai que, jusqu'à ce jour, leurs propriétés mécaniques restent inférieures à celles des matrices époxy, il faut noter que certains SCM à base de résine thermoplastique telle que le polypropylène présentent néanmoins des performances plutôt prometteuses (Reyes & Kang, 2007).

Par ailleurs, des travaux récents se sont intéressés à l'exploitation de fibres végétales dans la fabrication des hybrides SCM en les introduisant de manière partielle (hybridées avec des fibres synthétiques) (Chandrasekar, 2018 ; Vasumathi & Murali, 2013) ou totale (fibres végétales seules) (Kuan, Cantwell, Hazizan, & Santulli, 2011 ; Vieira et al., 2017) dans leurs parties

composites. Cependant, seules quelques études sur ces matériaux sont, à l'heure actuelle, disponibles dans la littérature ouverte. Pourtant, au regard des problématiques environnementales et écologiques actuelles, ils constituent une variété d'hybrides intéressante qui mérite d'être explorée plus en profondeur.

L'objectif de ces travaux de thèse est de contribuer à l'accroissement des connaissances sur ces familles d'hybrides intégrant les fibres végétales, et de participer à l'évaluation de leurs potentialités pour des applications dans le mobilier urbain extérieur. En effet, dans les perspectives de la ville future, le recours progressif aux véhicules autonomes semble devenir incontournable. Ainsi, préparer un cadre adéquat pour le déploiement de cette future mobilité représente un enjeu important. Ceci implique de repenser les infrastructures routières des villes depuis le choix du matériau jusqu'à sa conception, et de proposer des solutions basées sur du mobilier urbain mobile. Dans cette optique, la légèreté, les bonnes performances mécaniques et la durabilité, sont des critères qui devront être pris en compte. Face à ce défi, les matériaux hybrides présentent des caractéristiques physiques et mécaniques particulièrement attrayantes. Leur potentialité à répondre à ce besoin sera ainsi évaluée.

Le mobilier urbain représente l'ensemble des équipements aménagés dans l'espace public d'une ville pour répondre aux divers besoins des usagers. Ils peuvent être classés en différentes catégories selon leur fonction. On peut citer comme fonction l'information (colonne Morris, panneau d'affichage), l'abri (abribus), le stationnement (accroche vélo), l'ornement (bac à fleurs, jardinière), le repos (banc public, table), la propreté (corbeille de propreté, porte-sac poubelle). Dans cette étude un intérêt particulier est porté sur des structures à parois minces et grandes dimensions (Figure 1).



Abribus



Colonne Morris

Figure 1 Exemples de mobiliers urbains ciblés

Etant donné que l'environnement de service des mobiliers urbains est le milieu extérieur, il s'est montré indispensable de se pencher sur la question de leur durabilité vis-à-vis de certains facteurs environnementaux. Ces facteurs étant nombreux et variés (humidité, température, UV, micro-organismes, corrosion, gel, atmosphère polluée, etc.), nous nous limiterons à deux principaux d'entre eux à savoir l'humidité et la température.

Les objectifs et tâches principales de la thèse concernent les trois points suivants :

- Concevoir et mettre en œuvre des matériaux hybrides à composite biosourcé ;
- Caractériser leur comportement mécanique statique et dynamique ;
- Mettre en place des méthodes de vieillissement accéléré afin d'évaluer l'influence des facteurs environnementaux sur leurs propriétés mécaniques et leur comportement à long terme.

Ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres.

Le premier chapitre est une revue bibliographique portant essentiellement sur les matériaux hybrides stratifiés composites/métal. Un accent est mis sur leurs méthodes de fabrication, leur comportement mécanique et les changements susceptibles de se produire au niveau de leur comportement et de leurs propriétés mécaniques lorsqu'ils sont soumis à diverses conditions de vieillissement.

Le deuxième chapitre décrit dans un premier temps les matériaux d'étude ainsi que leurs constituants. Le procédé de fabrication des matériaux d'étude et les techniques expérimentales employées sont ensuite détaillés. Enfin les méthodes analytiques et les méthodes numériques utilisées sont présentées.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude du comportement mécanique des hybrides à l'aide d'essais quasi-statiques de flexion trois points et d'essais d'impact. Les propriétés des différents constituants des hybrides sont tout d'abord présentées, ensuite, leur comportement mécanique statique et dynamique est étudié. Les résultats expérimentaux de flexion sont confrontés aux prévisions théoriques et une analyse de sensibilité est menée par la suite afin d'identifier les paramètres les plus influents sur les prédictions. Enfin, les performances des solutions hybrides réalisées sont comparées à celles obtenues avec d'autres familles de matériaux et monomatériaux.

Le quatrième et dernier chapitre présente l'étude de l'influence d'un vieillissement hydrothermique d'une part et d'un vieillissement thermique d'autre part, sur le comportement et les propriétés mécaniques de l'hybride à matrice thermoplastique et du composite qui le constitue. Nous soulignons que les essais ont été réalisés en utilisant des protocoles de vieillissement accéléré, afin de pouvoir observer les différentes influences dans un espace temporel compatible avec la durée de la thèse.

Enfin, une conclusion générale est présentée en faisant un point sur l'adéquation de ces matériaux à l'application visée, et quelques perspectives des travaux sont évoquées.

Cette thèse s'est déroulée au sein de trois laboratoires en Bourgogne-Franche-Comté : le DRIVE (Département de Recherche en Ingénierie des Véhicules pour l'Environnement) à

l'ISAT de Nevers, l'ICB (laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne) à Dijon et l'institut FEMTO-ST (Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique Optique – Sciences et Technologies) à Besançon. Les travaux ont été financés par l'ADEME (Agence de la transition écologique) et la Région Bourgogne-Franche-Comté.

# Chapitre 1 : Etude bibliographique

Ce chapitre est consacré à l'état de l'art sur les matériaux hybrides stratifiés composites/métal. Nous nous intéresserons dans un premier temps à leur constitution, leurs méthodes de fabrication, leur comportement mécanique en flexion et à l'impact. Ensuite, nous explorerons l'influence de diverses conditions de vieillissement sur leur comportement et leurs propriétés mécaniques. Enfin, une dernière partie portera sur les possibilités de fin de vie de ces matériaux et leurs constituants.

## I. Matériaux hybrides stratifiés composites/métal

### I.1 Constitution des matériaux hybrides stratifiés composites/métal

Le matériau hybride composite/métal (SCM) consiste en l'association de deux types de matériaux : un métal et un composite. Ce dernier est lui-même constitué d'une matrice polymère renforcée par des fibres qui assurent la résistance mécanique du composite. La Figure 1.1 présente un exemple d'hybride stratifié composite/métal.

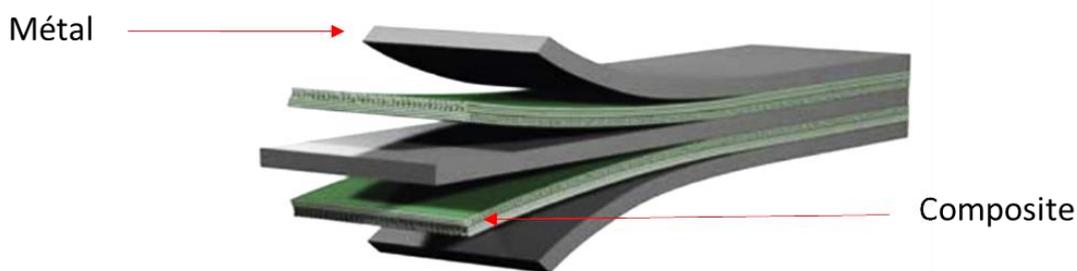


Figure 1.1 Stratifié composite/métal (Sadighi et al., 2012)

#### I.1.1 Les fibres

Etant donné que les SCM sont jusqu'ici essentiellement utilisés pour des applications exigeant des propriétés relativement élevées, les fibres de carbone, de verre et d'aramide sont les plus employées. Les fibres en polypropylène sont aussi très rencontrées dans le cadre de travaux de recherche (Abdullah, Prawoto, & Cantwell, 2015 ; Kuan et al., 2011 ; Malingam & Kalyanasundaram, 2010 ; Santiago et al., 2017). Des recherches récentes se penchent sur l'utilisation de fibres naturelles telles que les fibres de lin (Chandrasekar et al., 2016), de jute (Vasumathi & Murali, 2013), de noix de coco (Santos et al., 2018), de palmier à sucre (Chandrasekar et al., 2018), de kenaf (Subramaniam, Malingam, Feng, & Bapokutty, 2019) ou de sisal (Vieira et al., 2017). L'inconvénient majeur des fibres naturelles réside dans leur caractère hydrophile qui conduit à l'absorption de grandes quantités d'eau et par conséquent à la réduction des propriétés mécaniques. Cependant, cet effet peut-être significativement réduit avec l'ajout des couches métalliques extérieures (E. Botelho, Silva, Pardini, & Rezende, 2006).

### **I.1.2 La matrice polymère**

Les résines thermodures sont de loin les plus utilisées pour leurs bonnes propriétés mécaniques, thermiques et pour leur bonne adhésion au métal. On peut citer les résines époxydes bismaléimides et phénoliques. Néanmoins, elles présentent quelques inconvénients. Leur temps de cuisson est très long et elles ont un comportement fragile (Compston et al., 2001). Ceci a conduit les chercheurs à se tourner vers des polymères thermoplastiques tels que le polypropylène (PP), le polyétheréthercétone (PEEK) ou le polyétherimide (PEI). Ceux-ci ont l'avantage d'avoir des temps de cycle très courts et une facilité de mise en œuvre. De plus, ils présentent une possibilité de recyclage en fin de vie (Carrillo & Cantwell, 2009).

### **I.1.3 Le métal**

Le métal le plus utilisé jusqu'ici est l'aluminium du fait de sa légèreté, ses bonnes propriétés mécaniques et son caractère non oxydant (grâce à l'établissement naturel d'un film protecteur d'alumine) qui font de lui l'objet d'un grand intérêt dans les secteurs de pointe tels que l'aéronautique. Le titane vient en seconde position et constitue une alternative pour s'affranchir de la corrosion galvanique lorsque les fibres de renfort du composite sont en carbone. Le magnésium et l'acier sont également d'autres types de métaux utilisés. L'épaisseur du métal varie généralement entre 0,2 mm et 0,5 mm (Hu et al., 2014). Mais, dans la fabrication d'avions les parties nécessitant une résistance importante sont souvent réalisées en utilisant des épaisseurs de métal supérieures à 1 mm afin d'éviter d'agencer un nombre trop élevé de couches (Adriana, Danielle, Travessa, & Botelho, 2012).

## **I.2 Procédé de fabrication**

Pour la fabrication des SCM, les fibres sont généralement utilisées sous forme de renforts pré-imbibés, déjà imbibés de résine.

La fabrication des SCM peut passer par plusieurs étapes pouvant être regroupées comme suit :

- **Préparation :**

Les surfaces des plaques de métal sont soumises à un traitement préalable afin d'assurer une bonne adhésion lors de leur assemblage avec le composite. Les traitements couramment utilisés sont classés en trois catégories : mécanique, chimique, électrochimique.

*Traitement mécanique* : les plaques de métal subissent une abrasion mécanique par grenailage, sablage ou par polissage à l'aide d'un instrument abrasif afin de produire des surfaces rugueuses et d'enlever les couches d'oxydes indésirables (Feng, DharMalingam, Zakaria, & Selamat, 2019 ; Khalili, Daghigh, & Eslami Farsani, 2011 ; Wambua, Vangrimde, Lomov, & Verpoest, 2007 ; Zamani Zakaria, Shelesh-nezhad, Navid Chakherlou, & Olad, 2017)

*Traitement chimique* : les plaques sont nettoyées à l'aide d'un solvant organique volatil (acétone, méthanol, methyl-ethyl-ketone,...) (Feng et al., 2019) puis dans certains cas immergées dans une solution d'acide (acide chromique, acide phosphorique, acide nitrique, acide fluorhydrique,...) (Sinmazçelik et al., 2011)

*Traitement électrochimique* : afin de protéger les plaques contre la corrosion, certains auteurs les revêtent d'un film d'oxyde par anodisation chromique, sulfurique (Tonder, 2014) ou phosphorique.

- **Drapage** : cette étape consiste à empiler les plis de composites et les plaques de métal selon la configuration souhaitée.
- **Cuisson** : l'ensemble est chauffé sous une pression donnée dans une presse ou un autoclave afin d'éliminer des vides éventuels et de favoriser une bonne adhésion.
- **Post-cuisson** : parfois, une post-cuisson est effectuée afin de réduire les contraintes résiduelles.
- **Découpe** : la découpe de ces matériaux peut se faire à l'aide d'une scie diamant (Hu et al., 2014), d'une guillotine ou au jet d'eau (Lawcock, Ye, Mai, & Sun, 1998).

### I.3 Configurations et notations

Un système de notation a été développé afin de mieux identifier et distinguer les différentes configurations de SCM. Il permet de renseigner le nombre de couches de métal et de composite, l'épaisseur du métal et l'orientation des plis de composite (ce dernier est précisé essentiellement pour les SCM déjà commercialisés). Dans le cas du GLARE, on a par exemple la notation GLARE 2B-5/4-0,5 qui se définit comme suit (Şen, 2015) :

- GLARE 2B : indique l'orientation de type 2B des fibres,
- 5/4 : est relatif au nombre de couches de chaque élément, 5 couches de métal et 4 couches de composite,
- 0,5 : renvoie à l'épaisseur d'une couche de métal en millimètre, soit dans ce cas 0,5 mm.

La configuration la plus simple consiste en deux couches de métal et une couche de composite disposées en sandwich, soit la configuration 2/1. Les configurations les plus courantes dans l'aéronautique sont 3/2, 4/3 et 5/4.

### I.4 Méthode d'assemblage : assemblage par collage du métal sur un composite à matrice thermoplastique

Contrairement aux composites à résine époxy qui adhèrent très facilement au métal en collage direct, les composites thermoplastiques sont par contre très utilisés en collage indirect (ajout d'un film aux interfaces composite/métal) pour une meilleure qualité de l'interface composite/métal (Reyes & Cantwell, 2000).

Xu, Ramani et Kumar (Xu, Ramani, & Kumar, 2002) ont mené une étude sur le collage d'un acier galvanisé sur un composite verre-polypropylène à l'aide d'adhésifs thermoplastiques. Pour ce faire, ils ont considéré trois adhésifs thermoplastiques différents (de 76  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) : le polyéthylène haute densité (PEHD), le copolymère éthylène-propylène (EP) et le polypropylène (PP). Afin de comparer les trois types d'adhésif en matière de qualité d'adhésion, des assemblages de type simple recouvrement ont été soumis à des essais de traction. Les résultats des essais ont révélé une résistance interfaciale plus élevée avec le PEHD (Figure 1.2). Par ailleurs, l'analyse des surfaces de rupture au microscope électronique à balayage environnemental a révélé que dans les cas de l'EP et du PP, la rupture s'est effectuée principalement par délaminage à l'interface composite/métal.

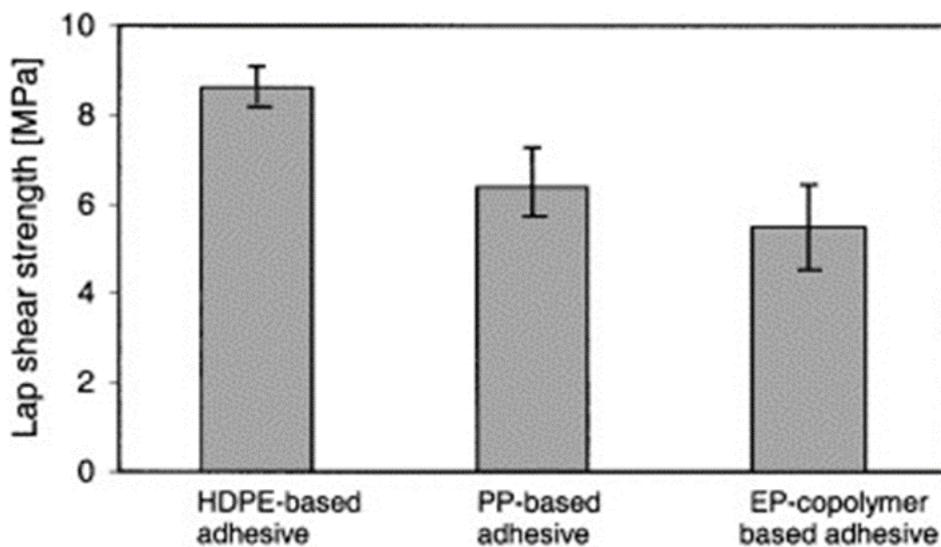


Figure 1.2 Comparaison des résistances interfaciales obtenues pour les trois types d'adhésifs (Xu et al., 2002)

Dans leur étude sur le comportement mécanique des SCM à base de résine thermoplastique, Reyes et Kang (Reyes & Kang, 2007) se sont intéressés à deux types de SCM : le polypropylène-polypropylène/aluminium-2/1-0,3 (PP-PP/al-2/1-0,3) et le verre-polypropylène/aluminium-2/1-0,3 (verre-PP/al-2/1-0,3). Pour s'assurer de la bonne adhésion entre le composite et l'aluminium un film de polypropylène modifié a été incorporé aux interfaces composite/aluminium. Les surfaces de rupture après traction ont révélé une bonne qualité d'adhésion entre le composite et le métal.

Gonzalez et al. (Gonzalez-Canche et al., 2017) ont également essayé d'évaluer la qualité d'adhésion de l'interface aluminium-fibres d'aramide sèches, lorsqu'on assure leur adhésion en insérant entre eux un film de polypropylène lors de la fabrication.

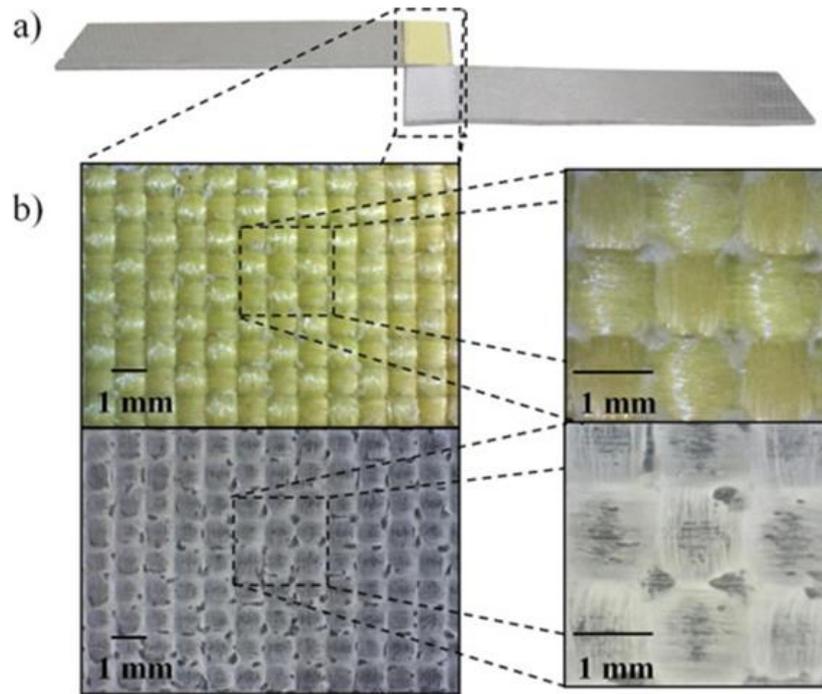


Figure 1.3 Surfaces de ruptures des plaques d'aluminium et de composite après l'essai simple recouvrement (Gonzalez-Canche et al., 2017)

Les essais réalisés sont du type simple recouvrement. Après analyse des surfaces de rupture (Figure 1.3), les auteurs ont pu constater une bonne qualité d'adhésion du PP aussi bien sur le métal que sur les fibres. La contrainte de cisaillement apparente qu'ils ont obtenu est d'environ 11,2 MPa.

## II. Caractérisation mécanique

### II.1 Essais d'impact

Les essais d'impact sur SCM peuvent être réalisés à petite ou à grande vitesse. En ce qui concerne les essais d'impact basse vitesse, ils sont communément effectués sur une tour de chute équipée d'un impacteur dont l'extrémité peut avoir des formes variées (hémisphérique, plat). Les éprouvettes utilisées sont généralement de dimensions 100 mm x 100 mm, 75 mm x 75 mm ou 125 mm x 125 mm (Sinmazçelik et al., 2011). Pour varier l'énergie d'impact, certains auteurs font varier la vitesse d'incidence de l'impacteur, et d'autres la masse de l'impacteur. Le Tableau 1.1 ci-dessous présente quelques conditions d'essais d'impact réalisés sur des SCM.

Les séries chronologiques force-temps et vitesse-temps sont enregistrées au cours de l'essai et la combinaison de ces données permet d'obtenir la courbe force-déplacement dont l'allure est représentée sur la Figure 1.4.

Auteurs	Dimensions de l'éprouvette (mm x mm)	Epaisseur (mm)	Masse de l'impacteur (kg)	Vitesse d'impact (m/s)	Hauteur de chute de l'impacteur	Energies d'impact utilisées (J)
(Carrillo & Cantwell, 2009)	75 x 75	1,77	0,35-0,46-0,54-0,6	5,2	-	4,7- 6,3 - 7,3 - 8,1
(Kuan et al., 2011)	100 x 100	-	2,5	-	Variée jusqu'à la perforation	-
(Lawcock et al., 1998)	101,6 x 101,6	-	1,16	Maximum atteint 4 m/s	Variée jusqu'à 0,9 m	-
(Santiago et al., 2017)	-	-	4,65 et 6,73	-	Varié jusqu'à fissuration	Maximum atteint 92 J
(Reyes & Cantwell, 2000)	50 x 200	-	2	-	0,8 m	7,5-10-20

Tableau 1.1 Quelques conditions d'essais d'impact sur les SCM issues de la littérature

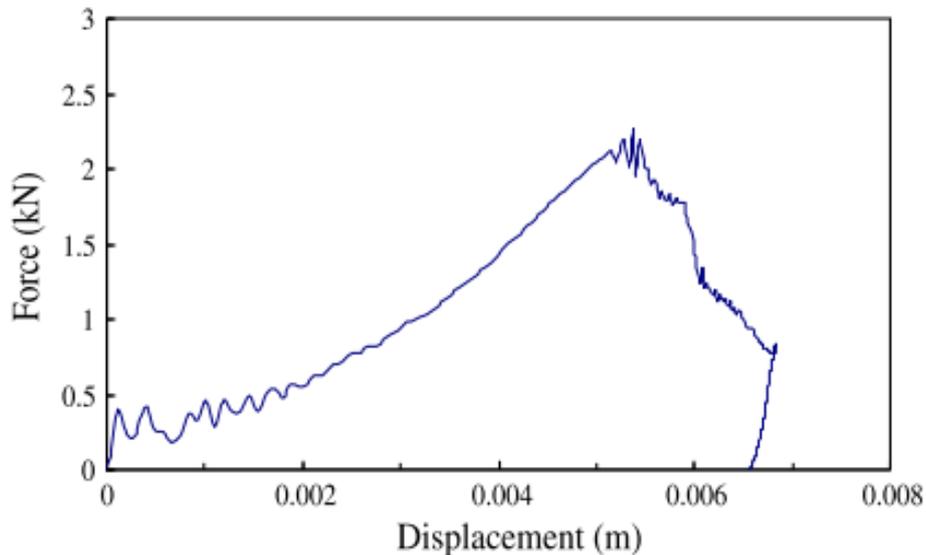


Figure 1.4 Courbe force-déplacement typique d'un essai d'impact basse vitesse sur un stratifié hybride composite/métal (Carrillo & Cantwell, 2009)

Lors d'un essai d'impact sur un stratifié hybride composite/métal, l'énergie cinétique incidente peut être dissipée selon différents mécanismes : déformation plastique du métal, microfissuration matricielle au niveau du composite, délaminage à l'interface composite/métal ou déformation et rupture des fibres (Compston et al., 2001).

Pour caractériser le comportement en impact, on peut s'intéresser à l'analyse de paramètres tels que : la force maximale, l'énergie absorbée, la largeur de la zone endommagée, la profondeur de la bosselure, l'énergie minimale pour laquelle on a un endommagement (Kuan et al., 2011 ; Starikov, 2013).

L'essai d'impact est très souvent utilisé à des fins comparatives. Il peut s'agir d'une comparaison faite entre différents matériaux, différentes configurations, différents procédés de fabrication. Kuan et al. (Kuan et al., 2011) ont effectué, par exemple, une comparaison entre le composite basalte/polypropylène (PP), l'aluminium (Al) et le stratifié basalte-polypropylène (PP)/aluminium. Leurs résultats ont montré que le SCM basalte-PP/aluminium présente une meilleure résistance à l'impact que l'aluminium et le composite pris seuls (Figure 1.5).

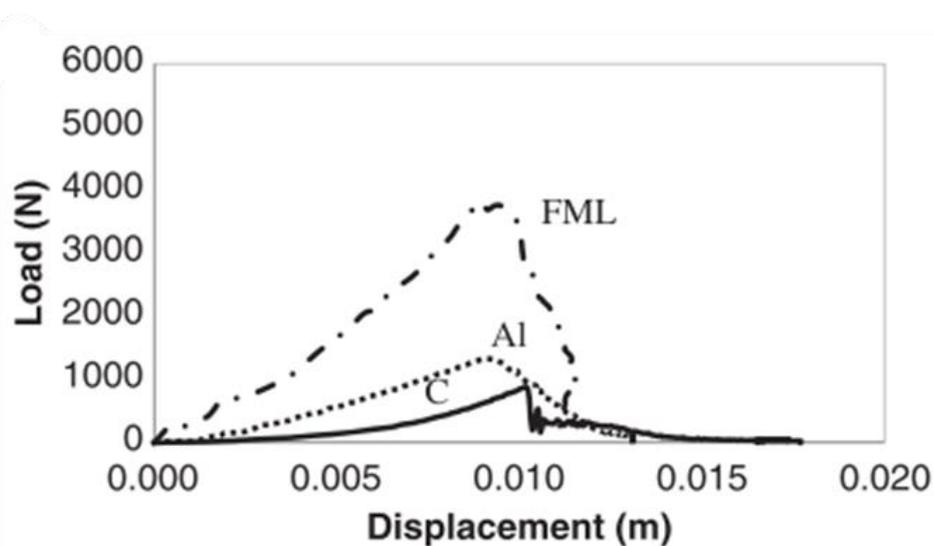


Figure 1.5 Courbes force-déplacement du composite basalte/polypropylène (C), de l'aluminium (Al) et du stratifié basalte-polypropylène/aluminium (SCM) (Kuan et al., 2011)

Reyes et Cantwell (Reyes & Cantwell, 2000) ont comparé trois configurations différentes de stratifiés hybrides verre-PP/aluminium au travers d'essais d'impact. Il s'agit des configurations 2/1, 3/2 et 4/3 soumises respectivement aux énergies d'impact 7,5, 10 et 20 joules (Figure 1.6). Après impact, ils ont évalué les propriétés résiduelles en traction. Les résultats ont révélé un taux de perte de la résistance en traction de 20% pour un impact à 7,5 joules, 12% pour un impact à 10 joules et 19% pour un impact à 20 joules respectivement pour les configurations 2/1, 3/2 et 4/3 (Figure 1.6). Ils ont ainsi montré qu'on obtient une meilleure résistance résiduelle en traction en optant pour une configuration 4/3 plutôt qu'une configuration 2/1 ou 3/2.

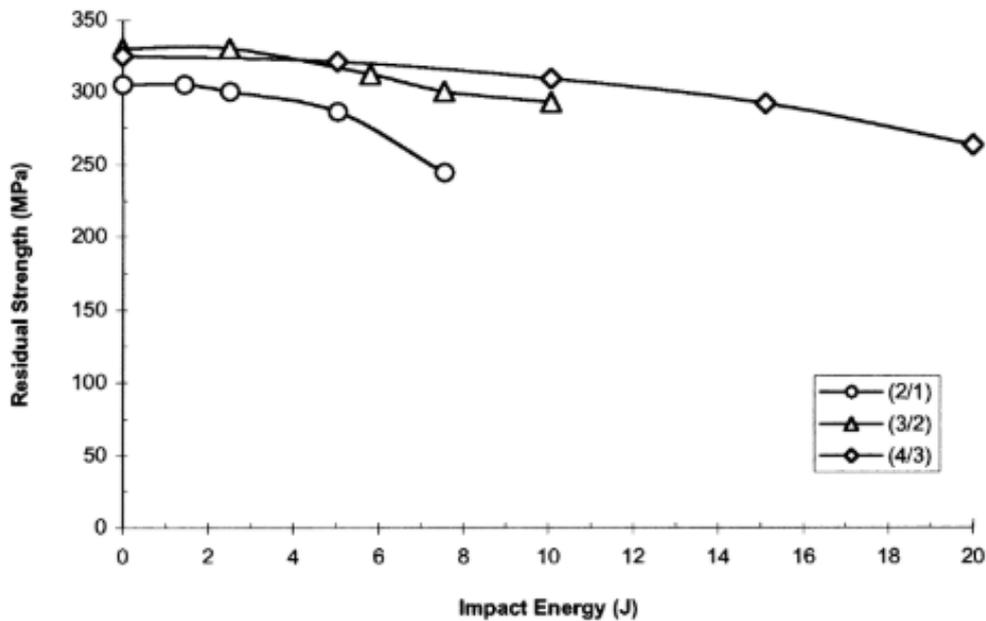


Figure 1.6 Variation de la résistance en traction des configurations 2/1, 3/2 et 4/3 du stratifié hybride verre-polypropylène/aluminium en fonction de l'énergie d'impact (Reyes & Cantwell, 2000)

## II.2 Essais de flexion

L'essai de flexion est très utilisé dans l'étude du comportement mécanique des stratifiés composites/métal. Il s'effectue généralement en montage trois points. Pendant l'essai, la partie inférieure de l'éprouvette est sollicitée en traction tandis la partie supérieure est sujette à une compression. Dans la littérature, les essais de flexion sur les SCM se font sur la base de normes employées pour les composites à matrice polymère car il n'existe pas à ce jour de normes formelles régissant la flexion sur ce type de matériaux (Li et al., 2018). La courbe typique force-déflexion d'un essai de flexion sur hybride est représentée sur la Figure 1.7. Elle peut être délimitée en quatre zones : déformation élastique (I), déformation plastique (II), rupture des fibres (III), délaminage (IV).

Carillo et Cantwell (Carrillo & Cantwell, 2009) ont étudié le comportement en flexion de deux empilements différents de l'hybride SCM polypropylène-polypropylène/aluminium (PP-PP/Al). Le premier empilement fait intervenir des couches uniquement à 0 et 90° ( $[Al, 0^\circ/90^\circ]_s$ ) et le deuxième ne fait intervenir que des couches à  $\pm 45^\circ$  ( $[Al, \pm 45^\circ]_s$ ). Les résultats ont révélé un comportement similaire des deux configurations (Figure 1.8). Ceci a permis de conclure que l'influence de l'aluminium est prédominante sur le type d'empilement du composite dans le cadre d'une sollicitation en flexion.

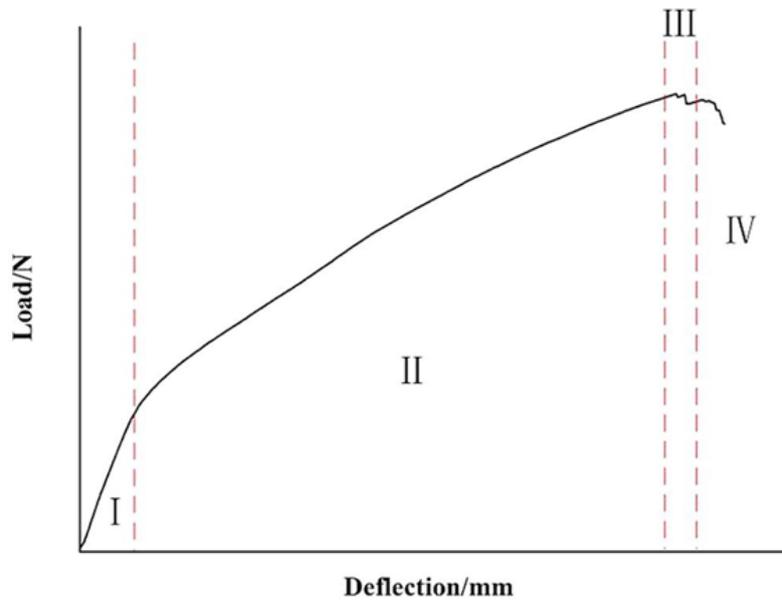


Figure 1.7 Courbe typique force-déplacement d'un hybride pour un essai de flexion (Li et al., 2018)

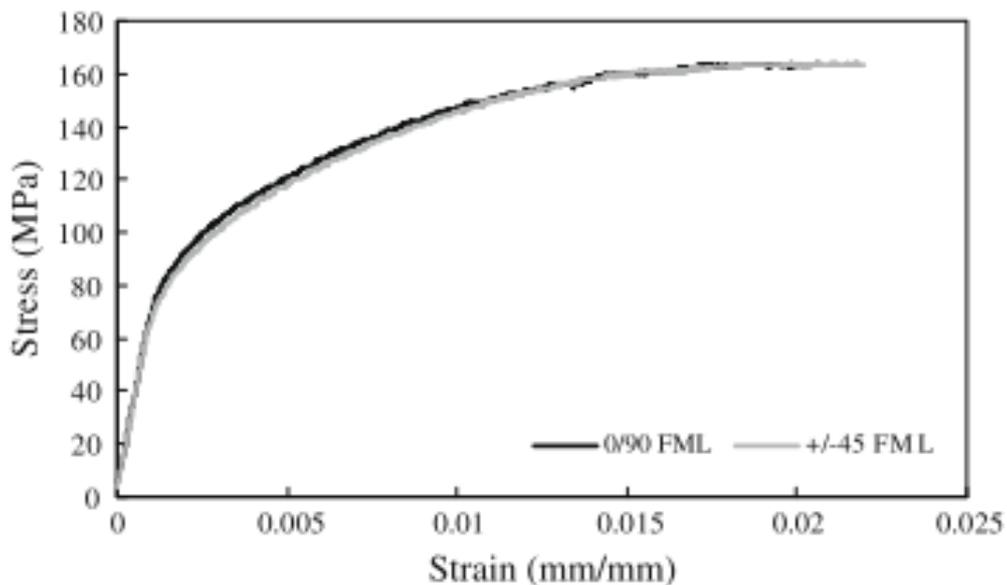


Figure 1.8 Courbe contrainte-déformation de l'hybride SCM aluminium/polypropylène renforcé de fibres polypropylène dans les configurations  $[Al, 0^\circ/90^\circ]_s$  (noir) et  $[Al, \pm 45^\circ]_s$  (gris) (Carrillo & Cantwell, 2009)

Li et al. (Li et al., 2018) ont étudié l'influence du rapport  $L/h$  ( $L$  = portée,  $h$  = épaisseur) dans le cas d'un hybride composite/métal par le biais de travaux expérimentaux et numériques. Ils ont pu aisément observer une décroissance significative de la résistance en flexion avec ce rapport (Figure 1.9).

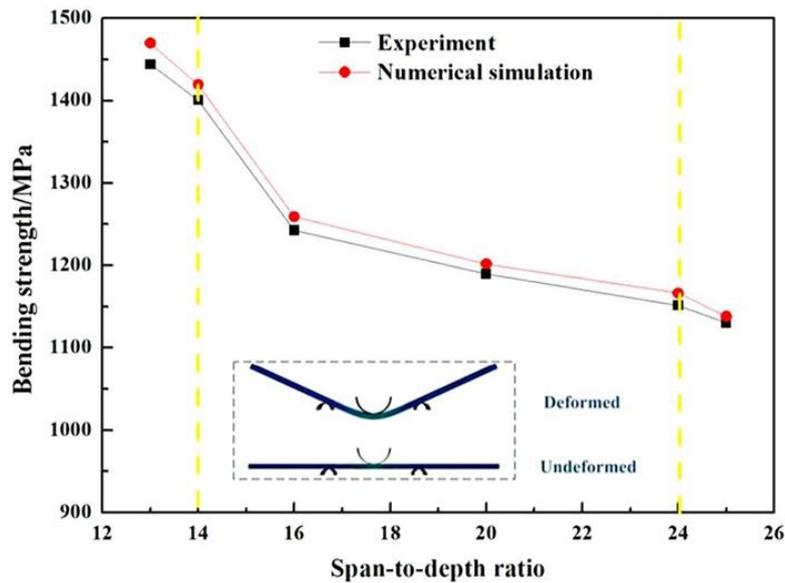


Figure 1.9 Corrélation entre la performance en flexion et le rapport L/h : cas du GLARE (Li et al., 2018)

Chandrasekar et al. (Chandrasekar et al., 2016) ont étudié le comportement en flexion d'un SCM avec une partie composite constituée d'une superposition de couches de lin (F) et de carbone (C). Pour cela, ils ont considéré deux empilements différents : Al/C/F/F/F/C/Al (SCM 1) et Al/F/F/C/C/F/F/Al (SCM 2). Les résultats obtenus ont montré que le SCM 1 où la couche de carbone est la plus à l'extérieur du composite présente de meilleures propriétés en flexion. Ils ajoutent également que le délaminage a été le mode de rupture prédominant lors de ces essais (Figure 1.10).

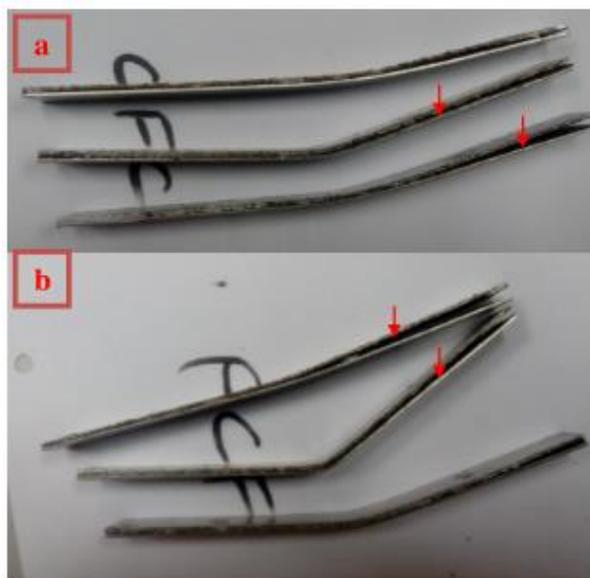


Figure 1.10 SCM après flexion a) SCM 1, b) SCM 2 : délaminage important (Chandrasekar et al., 2016)

### III. Vieillessement hygrothermique et hydrothermique

#### III.1 Vieillessement des composites : cas des composites à fibres végétales

Contrairement aux composites à renforts de verre ou de carbone, les composites à fibres végétales présentent une grande sensibilité à l'humidité et à la température. Ceci se traduit généralement par des changements physiques (dimensions, couleur, masse...), chimiques (rupture de liaisons au sein du matériau) et mécaniques (module d'Young, contrainte maximale, déformation à la rupture, dureté...) (Joseph, Rabello, Mattoso, Joseph, & Thomas, 2002 ; Perrier, Touchard, Chocinski-arnault, & Mellier, 2017 ; Scida, Assarar, Poilâne, & Ayad, 2013 ; Toubal, Cuillière, Bensalem, Francois, & Gning, 2016).

##### III.1.1 Absorption de l'eau par le composite

En présence d'humidité, les composites biosourcés absorbent de l'eau en raison de la présence de fibres hydrophiles et de défauts au sein du matériau (vides, microfissures, etc.). L'absorption d'eau est influencée par plusieurs facteurs. On peut citer notamment la nature et le pourcentage des fibres, la température, la nature de la matrice, le degré d'humidité. L'introduction de l'eau dans le composite provoque le gonflement des fibres et la naissance de contraintes au niveau des interfaces fibre/matrice. Il se crée alors des microfissures au sein de la matrice (Figure 1.11) devenant elles-mêmes de nouvelles zones d'infiltration des molécules d'eau (Azwa, Yousif, Manalo, & Karunasena, 2013). L'eau présente au voisinage de l'interface provoque avec le temps la dégradation des fibres qui conduit à une décohésion de l'interface fibre/matrice.

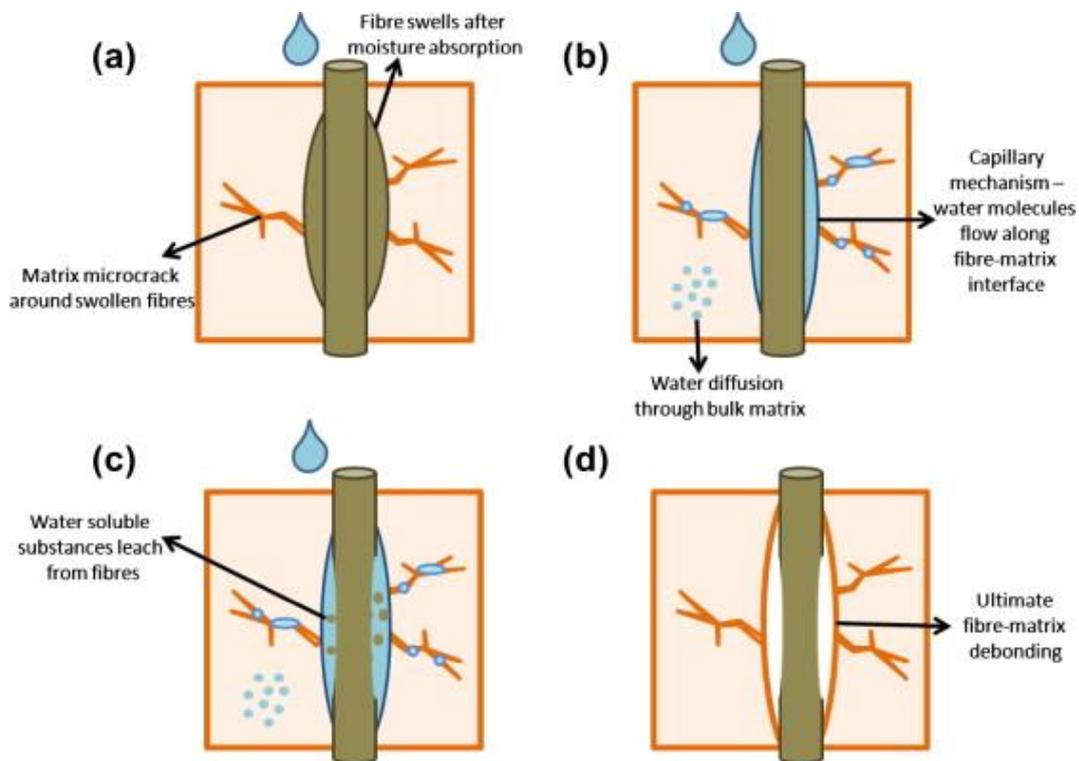


Figure 1.11 Diffusion de l'eau absorbée au voisinage de l'interface (Azwa et al., 2013)

### III.1.2 Quelques paramètres influençant l'absorption de l'eau

Plusieurs travaux ont mis en évidence différents paramètres influençant l'absorption de l'eau par le composite :

- La température influence le degré d'absorption d'eau. C'est ce que constatent Lin et al. (Lin, Zhou, & Dai, 2002) après avoir réalisé des essais de vieillissement en immersion à différentes températures (23 °C, 60 °C et 100 °C). Ceci est également mis en évidence par Scida et al. (Scida et al., 2013) lors d'une étude en humidité relative (90%) aux températures 20 °C et 40 °C (Figure 1.12). Ils ont noté une prise de masse à l'équilibre de 4,1% et 6,94% respectivement aux températures 20 °C et 40 °C.

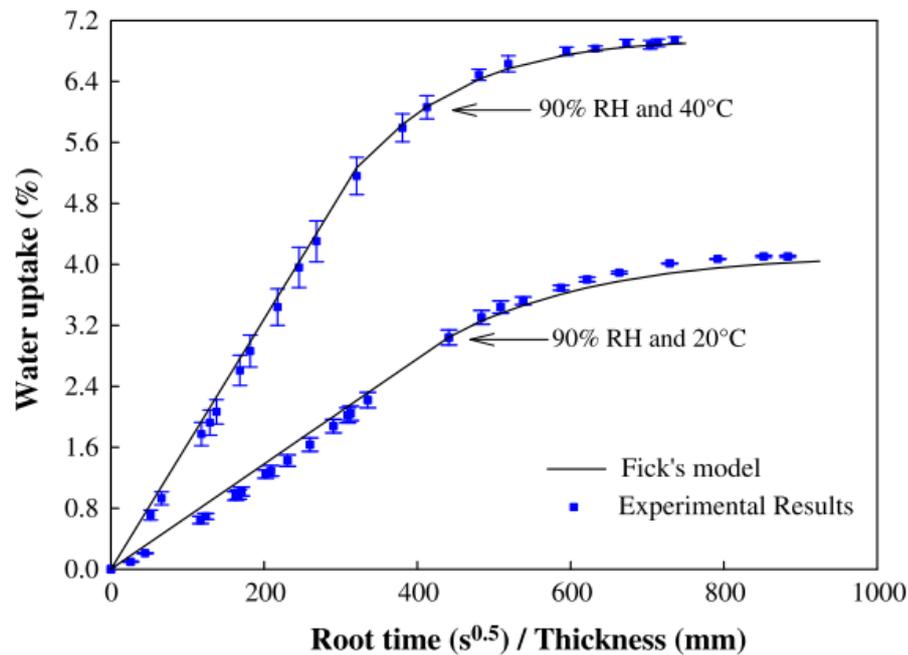


Figure 1.12 Évolution de l'absorption d'eau dans un composite lin-époxy aux températures 20 °C et 40 °C à 90% d'humidité relative (Scida et al., 2013)

Toubal et al. (Toubal et al., 2016) quant à eux ont montré l'influence de la température sur la cinétique d'absorption en considérant un composite chanvre/polypropylène. Ils ont immergé des éprouvettes dans un bain d'eau à différentes températures : 20, 40, 60 et 80 °C. Les résultats ont montré que le temps de saturation diminue significativement lorsqu'on augmente la température d'immersion (Figure 1.13).

Le Tableau 1.2 présente les coefficients de diffusion que les auteurs ont obtenus pour les quatre températures d'immersion. Leurs travaux ont pu montrer que l'absorption d'eau se fait avec une vitesse de plus en plus grande lorsqu'on augmente la température d'immersion.

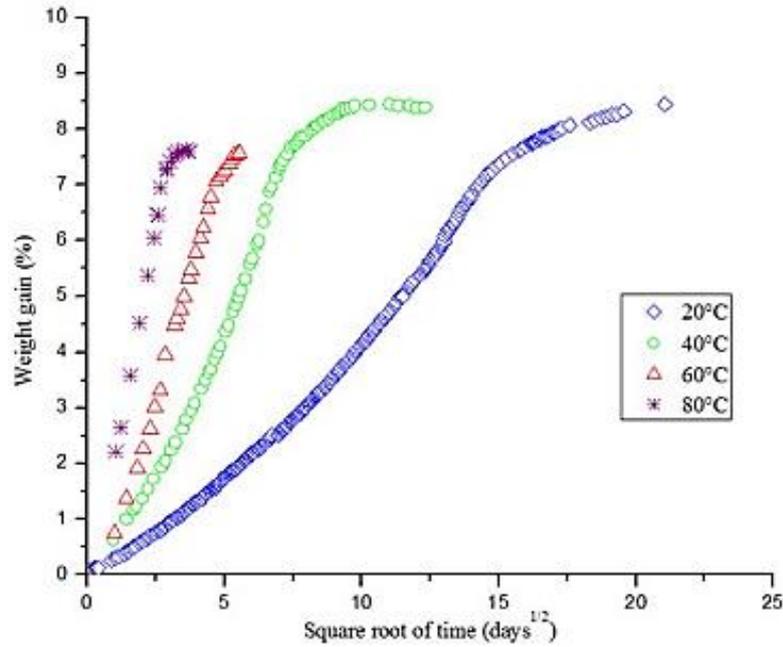


Figure 1.13 Courbe d'absorption d'eau du chanvre/polypropylène à 20 °C, 40 °C, 60 °C et 80 °C (Toubal et al., 2016)

Température d'immersion	20 °C	40 °C	60 °C	80 °C
Coefficient de diffusion ( $10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ )	0,13	0,24	1,56	4,32

Tableau 1.2 Coefficients de diffusion du composite chanvre/polypropylène en immersion aux températures 20 °C, 40 °C, 60 °C, et 80 °C

- Le pourcentage de fibres dans le composite est également un paramètre qui influence fortement l'absorption d'eau. En effet, plus il y a de fibres, plus il y a de groupes hydroxyles susceptibles de former des liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau (Methacanon et al., 2010).
- Chilali et al. (Chilali et al., 2017) ont mis en évidence l'influence de la nature de la matrice du composite. Ils se sont intéressés d'une part à un composite lin-époxy et d'autre part à un composite lin-acrylique. Leur étude a pu montrer que, dans des conditions quasiment similaires, le composite lin-époxy a tendance à absorber de plus grandes quantités d'eau comparé au lin-acrylique (Figure 1.14). Le Tableau 1.3 donne les prises de masse à l'équilibre obtenues par les auteurs pour les deux types de composite.

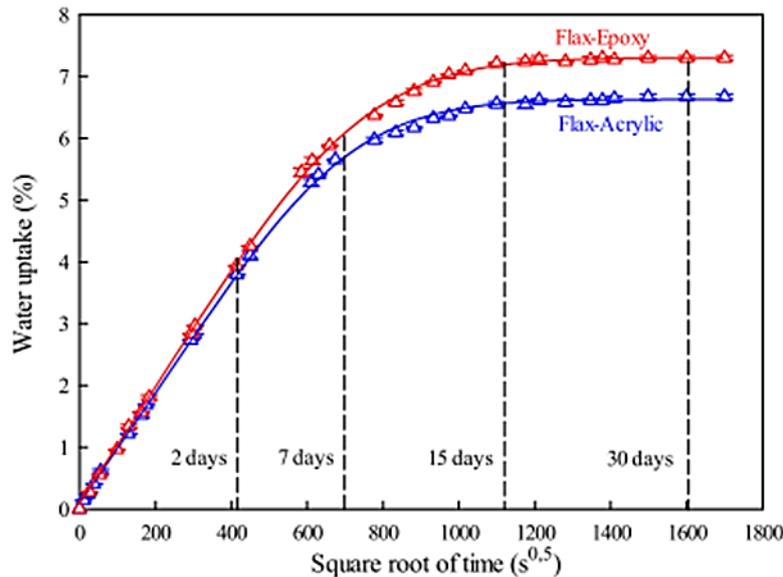


Figure 1.14 Évolution de l'absorption d'eau dans le lin-acrylique et le lin-époxy (Chilali et al., 2017)

Prise de masse à l'équilibre	Lin-acrylique	Lin-époxy
%	6,63±0,02	7,31±0,02

Tableau 1.3 Prise de masse à l'équilibre des composites lin-acrylique et lin-époxy après immersion dans de l'eau à température ambiante (Chilali et al., 2017)

### III.1.3 Cinétique de diffusion d'eau

Lorsque les composites sont exposés à un environnement humide ou immergés dans l'eau, ils ont tendance à absorber des molécules d'eau par les surfaces directement exposées à cet environnement. Ces molécules d'eau pénètrent ensuite dans le volume du matériau, selon des lois de diffusion. La Figure 1.15 présente des cas courants. La courbe DF traduit une diffusion Fickienne et les courbes A, B, C et D traduisent des « anomalies de diffusion », c'est-à-dire des écarts par rapport à la loi de Fick.

Sur la Figure 1.15 ci-dessus (Gigliotti et al., 2014) :

- la courbe DF représente l'évolution de la masse de l'échantillon selon la loi de Fick. D'après cette loi, la masse évolue linéairement en fonction de la racine carrée du temps dans les premières phases du processus d'absorption, elle ralentit ensuite progressivement jusqu'à ce qu'un état d'équilibre soit atteint (palier de saturation). La pente initiale de la courbe donne accès à la vitesse de diffusion, et le palier de saturation renseigne sur la quantité d'eau maximale qui peut être absorbée par le matériau.

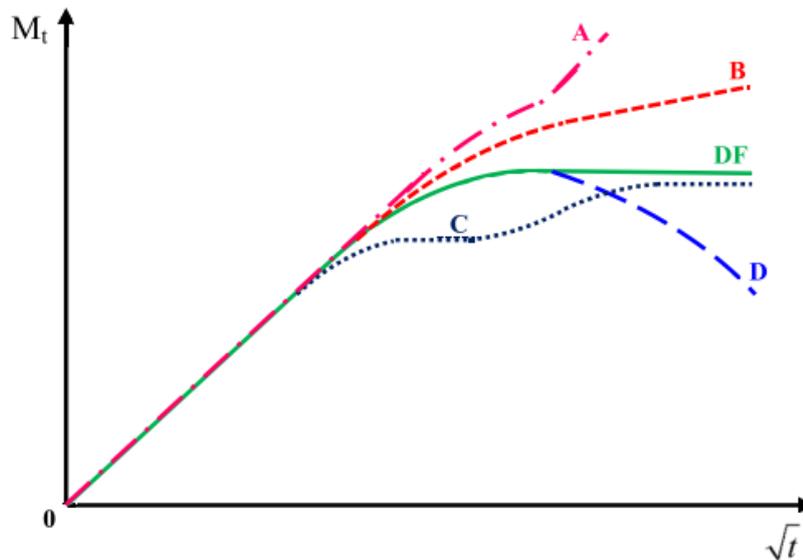


Figure 1.15 Schéma représentatif des courbes de prise de masse en fonction de la racine carrée du temps (DF : diffusion Fickienne, A, B, C et D : anomalies de diffusion) (Gigliotti et al., 2014)

- la courbe A est caractérisée par l'absence de palier de saturation. Des dégradations mécaniques du matériau pendant le processus de diffusion peuvent conduire à un tel comportement.
- la courbe B est caractérisée par l'absence de saturation. L'apparition de phénomènes d'endommagement (amorçage de fissure ou de cavitation (Leger et al., 2010)) pendant le processus d'absorption peut en être la source. Dans certains cas le modèle de Langmuir (Carter & Kibler, 1978) peut permettre de décrire ce type de comportement.
- la courbe C est marquée par la présence de deux paliers de saturation. La cinétique de sorption suit un comportement Fickien dans sa première phase, ensuite il survient une réabsorption donnant lieu à un deuxième palier.
- la courbe D est caractérisée par des phénomènes de perte de masse qui apparaissent après un certain temps de vieillissement à la suite de réactions chimiques irréversibles au sein du polymère pendant le processus de diffusion.

Le type de diffusion Fickienne ou non-Fickienne peut être analysé par la forme de la courbe d'absorption dont l'équation est donnée par la relation (1.1) (Scida et al., 2013) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = kt^n \quad (1.1)$$

où  $M_t$  est la prise de masse de l'échantillon à l'instant  $t$ ,  $M_\infty$  est la prise de masse à saturation,  $k$  et  $n$  sont les paramètres caractéristiques de la cinétique de diffusion. Le paramètre  $n$  indique le type de diffusion. Pour une valeur de  $n = 0,5$ , la diffusion est Fickienne, tandis que la diffusion est non-Fickienne quand  $n = 1$  (ou  $n > 1$ ). Pour les anomalies de diffusion,  $n$  présente une valeur intermédiaire, entre 0,5 et 1.

### III.2 Vieillissement des stratifiés composites/métal

Le vieillissement en présence d'eau peut se faire soit en humidité relative (vieillissement hygrothermique), soit en immersion (vieillissement hydrothermique). Dans les deux cas, il est nécessaire de définir une température d'étude.

Dans le cas des SCM destinés à une utilisation dans le secteur aéronautique, les conditions de vieillissement hygrothermique employées sont très souvent celles de la norme ASTM D5229 qui préconise 90% d'humidité relative et une température de 80 °C (Chandrasekar & Jawaid, 2017).

Il est bien connu que les matériaux composites à matrice polymère traditionnels sont sensibles à la présence d'eau (Behera, Thawre, & Ballal, 2020 ; Berges et al., 2016 ; Cheour, Assarar, Scida, Ayad, & Gong, 2016 ; Johar, Chong, Kang, & Wong, 2019 ; Joshi, 1983 ; Najafi, Ansari, & Darvizeh, 2017 ; Panthapulakkal & Sain, 2007 ; Robert & Benmokrane, 2010 ; Toubal et al., 2016). Pourtant, les stratifiés composites/métal qui sont fabriqués à partir de ces mêmes composites le sont moins. C'est ce que montrent plusieurs travaux de la littérature. On peut citer l'étude de Najafi et al. (Najafi et al., 2017) dans laquelle sont comparés les comportements du GLARE (verre-époxy/ aluminium) et du composite verre/époxy dans le cadre d'un vieillissement en immersion dans de l'eau distillée à une température constante de 90 °C pendant 5 semaines. Les pourcentages maximaux d'absorption d'eau obtenus sont respectivement 0,212% et 1,751% pour le GLARE et le composite verre/époxy. Le faible taux d'absorption du GLARE est attribué à la présence des couches d'aluminium jouant un rôle de barrière à la diffusion de l'eau. Une étude similaire a été réalisée par Da Silva et al. (Da Silva, Botelho, & Rezende, 2009), à une température de 80 °C et à 90% d'humidité relative. Les pourcentages d'absorption d'humidité obtenus à saturation pour le GLARE et le composite verre/époxy sont respectivement 0,3% et 1,3%, après 45 jours d'exposition. Botelho et al. (E C Botelho, Pardini, & Rezende, 2005) ont également effectué un vieillissement du composite verre/époxy et du GLARE à 80 °C et 90% d'humidité relative. Après saturation, les pourcentages d'absorption d'humidité sont respectivement 1,5% et moins de 0,1% pour le composite et le GLARE. Au sein du composite ils notent une augmentation régulière de l'absorption de l'eau jusqu'à la saturation observée après 6 semaines (Figure 1.16).

Ali et al. (Ali, Pan, Duan, Zheng, & Sapkota, 2016) ont quant à eux réalisé une étude sur le carbone/époxy et le SCM carbone-époxy/titane. Les différents matériaux ont été immergés dans de l'eau de mer à une température de 70 °C. Après saturation (au bout de 90 jours) ils obtiennent des pourcentages d'absorption de 0,03%, 1,5% et 0,31% respectivement pour le titane, le carbone/époxy et le SCM Carbone-époxy/titane.

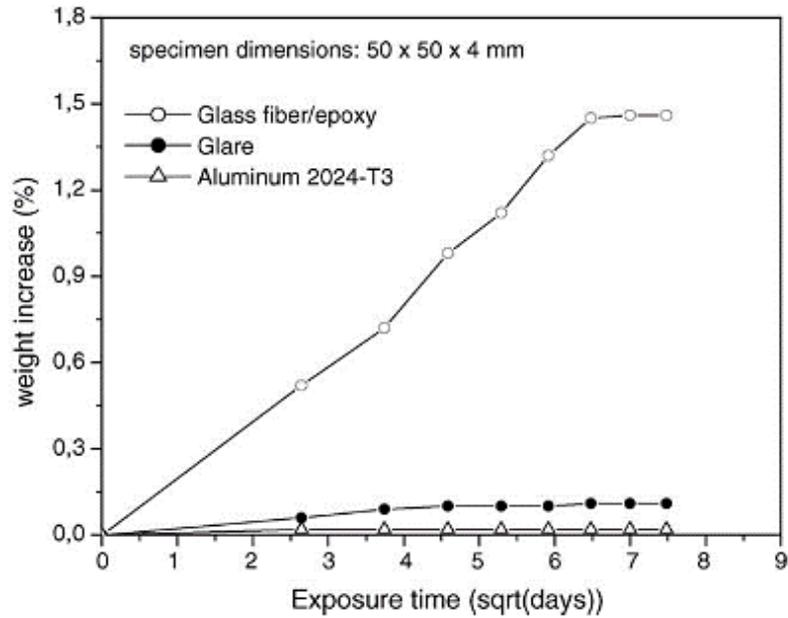


Figure 1.16 Courbes d'absorption d'eau de l'aluminium, du composite verre/époxy et du SCM GLARE (Botelho et al., 2005)

Ishak et al. (Ishak et al., 2018) ont quant à eux mené une étude comparative entre un composite kenaf/polypropylène et le SCM correspondant. Les différentes éprouvettes ont été vieilles en immersion dans de l'eau distillée à température ambiante. Leur constat rejoint celui des travaux cités précédemment. Pour une durée de vieillissement de 192 h, ils ont obtenu des pourcentages d'absorption de 1,95%, 0,67%, respectivement pour le composite kenaf/polypropylène et SCM correspondant (Figure 1.17).

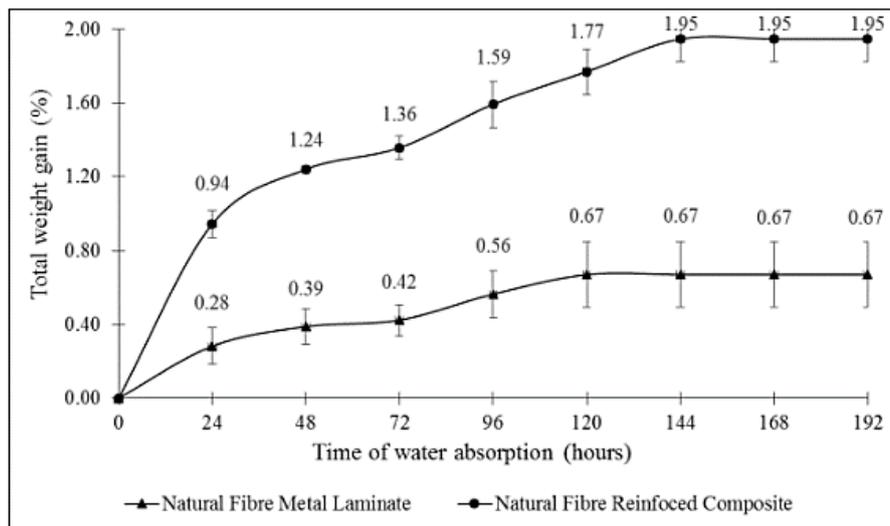


Figure 1.17 Courbes d'absorption d'eau du composite kenaf/polypropylène et du SCM correspondant (Ishak et al., 2018)

Chacune de ces études montre ainsi que la présence du métal réduit le pourcentage d'absorption d'eau du matériau. Ceci s'explique par la position stratégique des couches métalliques au sein

de l'hybride. En effet, étant donné qu'elles sont toujours présentes dans les couches les plus externes de l'hybride, elles assurent la protection des couches composites. Les voies d'infiltration sont alors réduites aux bords non protégés par le métal ce qui conduit à de faibles pourcentages d'absorption d'eau comparé à ceux des composites correspondants (Da Silva et al., 2009, Majerski, Surowska, & Bienias, 2018, E C Botelho et al., 2005, Najafi et al., 2017, Edson C Botelho, Rezende, & Pardini, 2008, Ali et al., 2016). Par ailleurs, dans les hybrides, la part massique du métal est importante pourtant il n'absorbe quasiment pas d'eau. Ceci permet d'expliquer les faibles quantités d'absorption d'eau enregistrées.

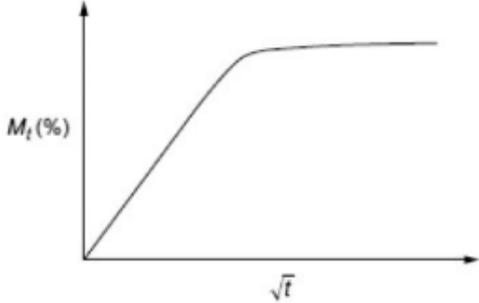
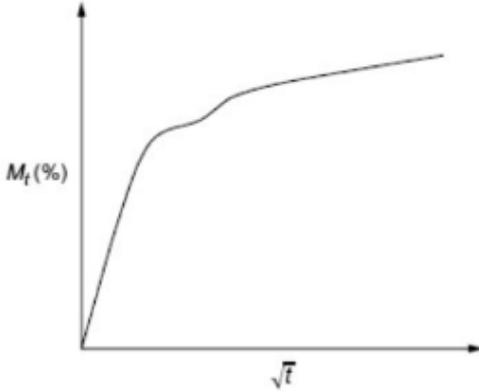
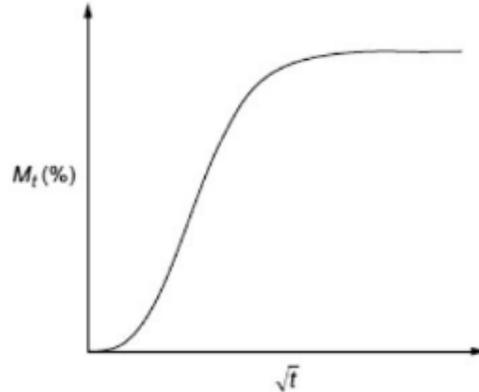
Type de diffusion	Théorie	Allure de la courbe
<b>Fickienne</b>	L'absorption d'eau augmente linéairement avec la racine carrée du temps, puis ralentit progressivement jusqu'à ce qu'un état d'équilibre soit atteint	
<b>Non-Fickienne</b>	Courbes d'absorption en deux étapes	
<b>Anormale</b>	Courbe en forme de S (sigmoïde)	

Tableau 1.4 Comportement de la diffusion de l'eau dans les SCM (Chandrasekar & Jawaid, 2017 ; Scida et al., 2013)

L'absorption d'humidité se caractérise par la migration des substances à faible masse moléculaire des zones de haute concentration vers les zones de basse concentration. Au sein du SCM, la diffusion de l'eau peut être Fickienne, non-Fickienne ou anormale (Tableau 1.4) (Chandrasekar & Jawaid, 2017)

### III.2.1 Influence du vieillissement au niveau du composite du SCM

Dans la partie composite des SCM, les fibres sont généralement contenues dans des matrices de type polymère. Une fois que l'eau s'introduit dans l'hybride au travers des zones non protégées par le métal, son action au niveau du composite est similaire à celle observée dans le composite isolé. L'eau se répand dans le volume suivant un processus de diffusion dans lequel les molécules d'eau sont transportées des zones de haute concentration vers les zones de basse concentration. On assiste à la formation de liaisons entre les molécules d'eau et les groupements hydroxyles de la matrice (Da Silva et al., 2009). Une autre forme d'infiltration de l'eau est également observée, il s'agit de l'infiltration par capillarité au travers des micro-fissures à l'interface fibre/matrice. Les conséquences de cette infiltration sont le gonflement, la plastification et l'hydrolyse (Mokhothu & John, 2015).

### III.2.2 Influence du vieillissement au niveau du métal du SCM

L'absorption de l'eau par le métal est quasiment inexistante. Par contre il est susceptible de se dégrader par corrosion (Figure 1.18). Mais, en présence d'une couche protectrice sur le métal (obtenue après un traitement par exemple), celle-ci réduit sa susceptibilité à la corrosion. Pour les applications dans l'aéronautique, le traitement de surface de l'aluminium utilisé se fait généralement par anodisation, ce qui crée une couche d'oxyde réduisant ainsi l'attaque corrosive. Une couche d'apprêt contenant un inhibiteur de corrosion est parfois ajoutée par-dessus la couche d'oxyde pour davantage réduire l'effet de la corrosion (Majerski et al., 2018).

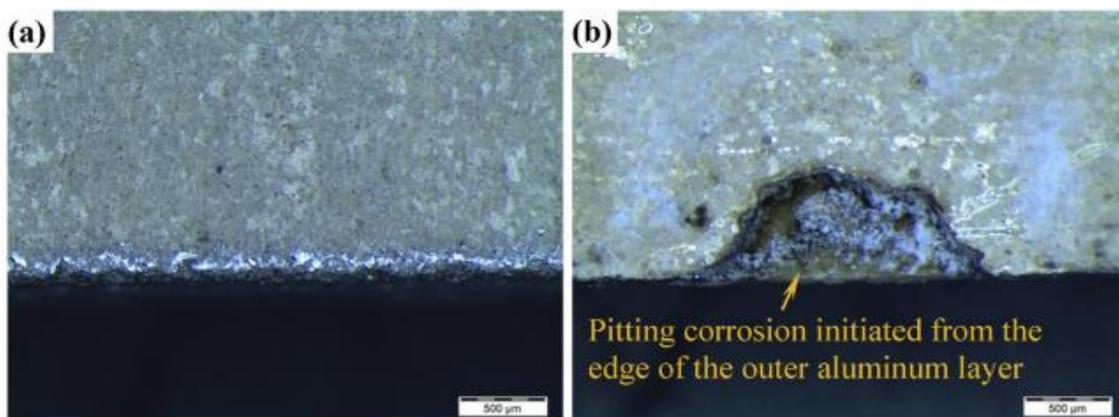


Figure 1.18 Micrographies du GLARE non vieilli et vieilli en immersion dans l'eau pendant 4 mois à 80 °C (Zhong & Joshi, 2015)

### III.2.3 Influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques des stratifiés hybrides composites/métal

Dans la littérature, les auteurs ont largement étudié l'influence de l'effet combiné de l'humidité et de la température sur les propriétés des SCM à fibres synthétiques. Ces études sont réalisées au travers d'essais mécaniques variés : traction, flexion, cisaillement interlaminaire (ILSS), etc.

Quelques travaux sont récapitulés dans le Tableau 1.5. D'une manière générale, ces travaux montrent que l'humidité induit des changements relativement faibles sur les propriétés mécaniques des SCM.

<b>Matériau</b>	<b>Temps de saturation</b>	<b>Type de diffusion</b>	<b>Changement de propriétés après vieillissement hygrothermique</b>	<b>Référence</b>
<b>GLARE</b>	6 semaines	-	Aucun changement significatif en traction et en compression n'a été observé	(Edson C Botelho et al., 2008)
<b>GLARE</b>	6 semaines	-	Aucun changement significatif de la résistance en traction et en compression	(E. C. Botelho, Almeida, Pardini, & Rezende, 2007)
<b>CARALL</b>	6 semaines	Anormale	Perte de 4% sur les propriétés en traction et en compression	(E C Botelho, Almeida, Pardini, & Rezende, 2007)
<b>CARALL</b>	6 semaines	Fickienne	Perte de 4% sur les valeurs de résistance au cisaillement interlaminaire	(E C Botelho, Pardini, & Rezende, 2007)
<b>GFRP/Acier</b>	880 h	-	Perte de 20% du module en flexion et de la contrainte en cisaillement	(Poodts, Ghelli, Brugo, Panciroli, & Minak, 2015)
<b>GLARE</b>	-	-	Diminution de la contrainte en traction et en fatigue	(Da Silva et al., 2009)
<b>Titane/carbone</b>	-	-	Décroissance significative de la contrainte et du module en traction	(Silva DF, Botelho EC, Ancelotti AC, 2013)

Tableau 1.5 Changement des propriétés mécaniques des SCM à fibres synthétiques après vieillissement hygrothermique (Chandrasekar & Jawaid, 2017)

#### **IV. Vieillissement au brouillard salin**

Le brouillard salin est un test de corrosion accéléré qui permet d'évaluer la résistance à la corrosion des métaux et leurs alliages, et des revêtements. Les résultats sont obtenus après une période de temps plus courte qu'avec une exposition naturelle.

La norme la plus commune est l'ASTM B117 (Standard Practice for Operating Salt Spray (fog) Apparatus). Elle est largement étendue dans l'industrie automobile, l'industrie aéronautique, et l'industrie des peintures et revêtements (Altmayer, 1995). La norme ASTM B117 est aussi la plus populaire pour l'évaluation de la tenue à la corrosion de l'aluminium et de ses alliages traités par anodisation et par conversion. Les surfaces d'aluminium, qui sont anodisées et ensuite colmatées pour la protection contre la corrosion, doivent résister à l'environnement

corrosif du brouillard salin durant un minimum de 336 h sans corrosion par piqûres (Altmayer, 1995).

#### **IV.1 Conditions d'essai**

Le test au brouillard salin est réalisé dans un environnement corrosif contrôlé. Une solution saline préparée avec de l'eau déminéralisée et stockée dans des réservoirs est utilisée pour alimenter une enceinte. Cette solution est pulvérisée sous pression grâce à une arrivée d'air comprimé saturé en eau. Un déflecteur permet d'obtenir une répartition homogène du brouillard dans la chambre et empêche l'impact direct de la solution pulvérisée sur les pièces testées. La norme ASTM B117 préconise une pulvérisation avec un taux de 1 à 2 ml/h. L'essai est réalisé en utilisant une solution de chlorure de sodium (5% NaCl), un pH neutre (entre 6,5 et 7,2) et une température de 35 °C suivant la norme ASTM B117 (ASTM B117, 1997).

On distingue, en fonction de la solution utilisée :

- Essai au brouillard salin neutre avec l'utilisation d'une solution de chlorure de sodium (NaCl) au pH neutre : test NSS (Neutral Salt Spray) ;
- Essai au brouillard salin acétique avec l'ajout d'acide acétique à la solution saline : test ASS (Acetic Acid Salt Spray) ;
- Essai accéléré au brouillard salin cupro-acétique avec l'ajout de chlorure de cuivre(II) à la solution saline : test CASS (Copper Accelerated Salt Spray test).

Les essais ASS et CASS sont particulièrement adaptés aux revêtements décoratifs galvaniques comme les revêtements Cu-Ni-Cr ou Ni-Cr, mais également pour les revêtements anodiques de l'aluminium.

#### **IV.2 Mécanisme de corrosion de l'essai au brouillard salin**

Lorsqu'une goutte d'eau s'attarde sur une surface métallique, un gradient de concentration d'oxygène dissous dans l'électrolyte, entre le bord de la goutte et son centre, se crée de sorte que la différence de contact avec l'oxygène est plus grande au centre de la goutte. Cette différence crée un potentiel d'oxydation et le centre de l'interface goutte/métal devient anodique (chargé positivement) à mesure que le métal se dissout dans l'eau, laissant derrière lui des électrons qui s'écoulent vers le bord de la goutte. Comme les ions métalliques sont formés au centre de la goutte, une piqûre se développe (Figure 1.19). Au bord de la goutte, les électrons réagissent avec des ions d'hydrogène obtenus à partir de la dissociation de l'eau, conduisant à la formation de molécules d'hydrogène à l'état gazeux. La consommation des ions d'hydrogène résulte en l'augmentation de l'alcalinité au bord de la goutte, précipitant davantage les ions métalliques à l'intérieur de la goutte (Altmayer, 1995).

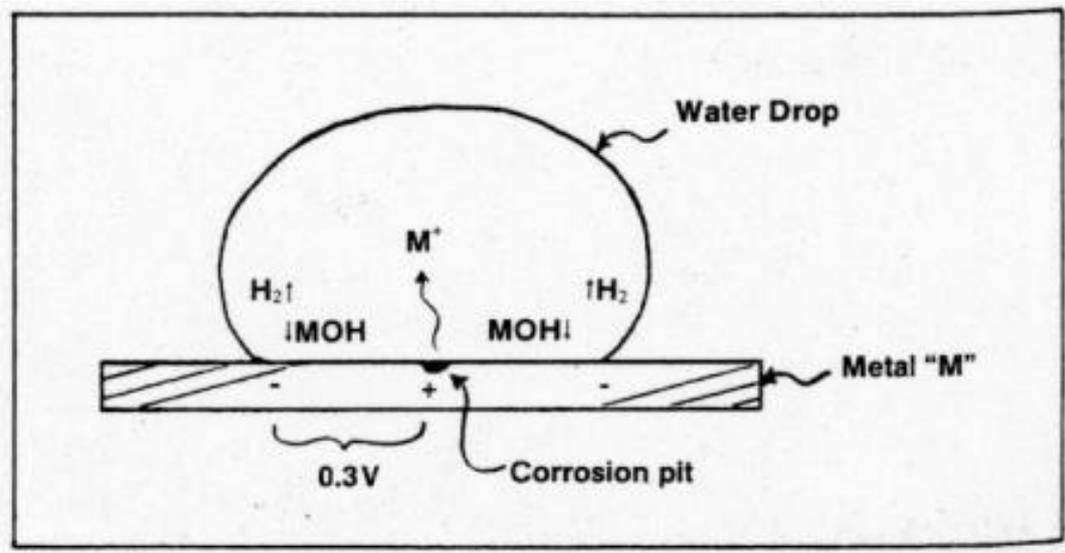


Figure 1.19 Exemple de cellule de concentration en oxygène (Altmayer, 1995)

### IV.3 Vieillissement au brouillard salin des stratifiés composites/métal

L'essai au brouillard salin est utilisé sur les assemblages composite/métal pour mettre en évidence leur sensibilité à la corrosion.

La dégradation des propriétés mécaniques d'un assemblage composite/métal est souvent induite soit par un mécanisme de corrosion localisé au niveau du métal, soit par une dégradation chimique du composite (Fiore, Calabrese, Proverbio, Passari, & Valenza, 2017).

L'interface composite/métal étant l'un des paramètres cruciaux dans l'intégrité de l'assemblage, les auteurs y portent une grande attention. Lors d'une exposition au brouillard salin, la résistance de l'interface diminue progressivement avec le temps d'exposition suite à un dépôt de NaCl à cet endroit (Teixeira de Freitas, Banea, Budhe, & de Barros, 2017). Teixeira et al. (Teixeira de Freitas et al., 2017) ont noté une diminution d'environ 11% après 30 jours et 23% après 90 jours pour des essais de pelage sur des joints carbone-acier. Pour les éprouvettes non vieilles, ils constatent un mode de rupture cohésif traduisant la bonne qualité de l'interface. Cependant, les éprouvettes vieilles présentent un taux de rupture adhésive qui augmente avec le temps d'exposition (Figure 1.20). Après des essais de simple recouvrement sur joints carbone-aluminium rivetés, Jiang et al. (Jiang, Cong, Zhang, Li, & Cui, 2018) relèvent une diminution de 13,5%, 15,6%, 25,6% et 29,7% après respectivement 1, 3, 5 et 7 semaines de vieillissement. Ils notent que pour des temps long (>3 semaines) la fissuration lors d'essais de fatigue est initiée par plusieurs piqûres de corrosion sur l'aluminium.

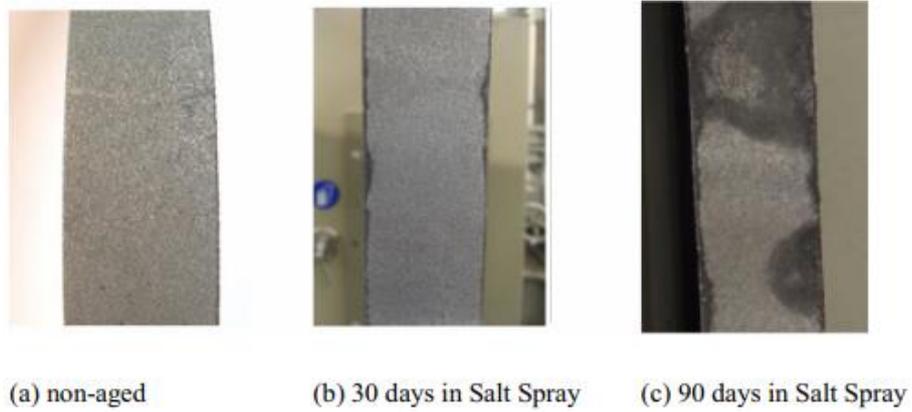


Figure 1.20 Surfaces de rupture de l'acier après un essai de pelage : a) non vieilli, b) après 30 jours de vieillissement, c) après 90 jours de vieillissement (Teixeira de Freitas et al., 2017)

En s'intéressant également à l'effet du brouillard salin au niveau de l'interface composite/métal, Fiore et al. (Fiore et al., 2017) ont considéré des joints aluminium/composite fibres de verre et aluminium/composite fibres de carbone.

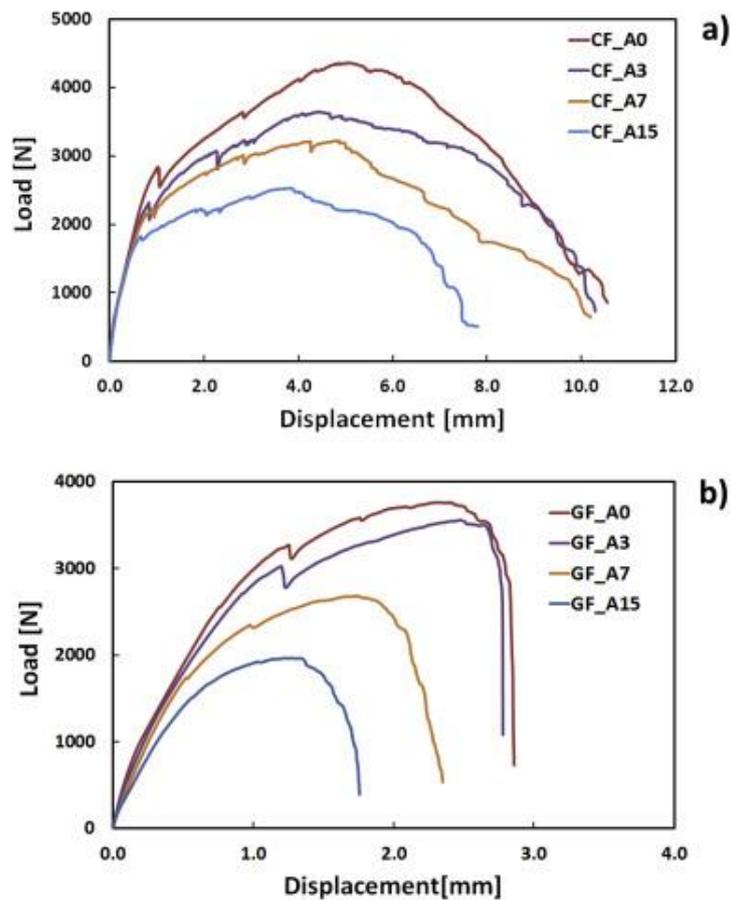


Figure 1.21 Courbes force-déplacement des éprouvettes non vieilles (A0), vieilles pendant 3 semaines (A3), 7 semaines (A7) et 15 semaines (A15). a) carbone-aluminium, b) verre-aluminium (Fiore et al., 2017)

Dans les deux cas, ils constatent une diminution de la force maximale et du déplacement à la rupture avec le temps de vieillissement (Figure 1.21). Le Tableau 1.6 présente un récapitulatif de quelques changements observés dans la littérature suite à un vieillissement au brouillard salin.

Matériau	Température	Durée	Changement après vieillissement	Référence
<b>Composite jute-époxy</b>	35 °C	90 jours	Gonflement, fragilisation de l'interface fibre-matrice, perte de 40% du module en flexion et de 10,5% de la force maximale à l'impact	(Calabrese, 2017)
<b>Composite Lin-époxy</b>	35 °C	60 jours	Gonflement, fissuration de la matrice, diminution du module de conservation avec le temps de vieillissement	(Fiore et al., 2016)
<b>Joints composite carbone/aluminium</b>	35 °C	7 semaines	Corrosion par piqûre de l'aluminium Perte de 29,7% de la résistance de l'interface	(Jiang et al., 2018)
<b>Joints composite carbone/acier inox</b>	-	30 et 90 jours	Réduction de 11% et 23% de la résistance de l'interface respectivement après 30 et 90 jours	(Teixeira de Freitas et al., 2017)
<b>Joints composite verre/acier</b>	35 °C	15 semaines	Réduction de 44,3% de la résistance de l'interface au cisaillement (30% après 7 semaines)	(Fiore et al., 2017)

Tableau 1.6 Quelques résultats issus de la littérature sur des essais au brouillard salin

## V. Cyclage thermique sur stratifiés hybrides composites/métal

L'écart important entre les coefficients de dilatation thermique (CDT) du composite et du métal a généralement pour conséquence la fragilisation des interfaces composite/métal et fibre/matrice lors d'une sollicitation thermique sur des stratifiés composites/métal (Jakubczak, Bienias, & Surowska, 2018 ; Noor, Pasha, Wakeel, Nasir, & Bilal, 2017). Elle génère des contraintes plus ou moins élevées au niveau de ces interfaces lors de la variation de température, entraînant ainsi la naissance de microfissures et la décohésion entre les différents constituants de l'hybride (Hu, Li, Tao, Pan, & Xu, 2018). Avec des hybrides à résines thermodures telles que les résines époxydes comme cela est généralement le cas dans la littérature, les propriétés mécaniques se voient améliorées au cours des premiers cycles d'une fatigue thermique à cause d'une post-réticulation au sein de la résine, mais ces propriétés commencent à décroître pour un plus grand nombre de cycles. On assiste alors à la dégradation du composite et de l'interface. C'est ce que constatent Noor et al. (Noor et al., 2017) dans l'une de leurs études sur l'effet du cyclage thermique sur le CARALL 2/1-1. Le cyclage thermique a été effectué entre -65 °C et 75 °C et les éprouvettes ont été maintenues pendant 1 h 45 à chaque température. Ils ont noté

une augmentation d'environ 2,88% du module d'Young et de la contrainte maximale en traction pendant les 10 premiers cycles. Cependant, ces propriétés diminuent de 2,43% et 6,86% après respectivement 30 et 50 cycles (Figure 1.22).

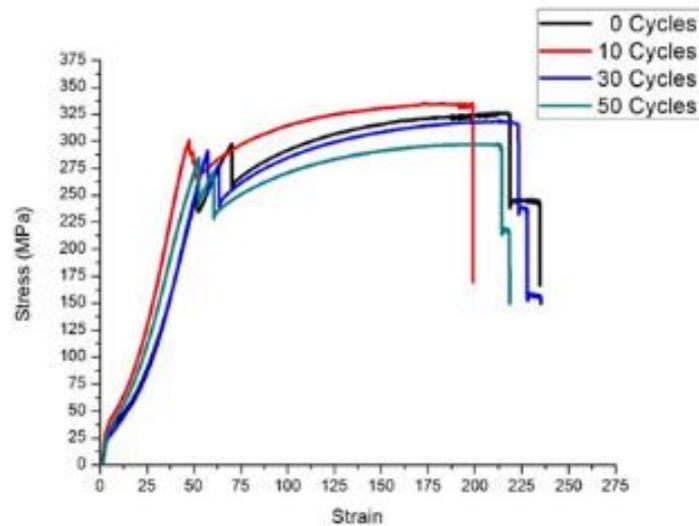


Figure 1.22 Courbe contrainte-déformation pour 0, 10, 30 et 50 cycles (Noor et al., 2017)

Park et al. (Park, Jong, & Soap, 2010) ont évalué l'effet du cyclage thermique sur la résistance au cisaillement inter-laminaire du GLARE 7/6-0,4 après 500, 1000, 1300 et 1500 cycles entre 25 et 125 °C. A chaque température, les éprouvettes ont été maintenues pendant 15 min puis refroidies au bout de 1500 cycles, ces auteurs ont pu noter une décroissance de 9 à 18% de la résistance. Ils soulignent que cette décroissance est la conséquence d'une grande différence des CDT entre les différents constituants. Hu et al. (Hu et al., 2014) ont évalué l'impact du cyclage thermique entre la température ambiante et 300 °C sur la résistance au cisaillement inter-laminaire d'un SCM carbon-polyimide/titane 3/2-0,3. En-dessous de 1000 cycles, ils remarquent que la résistance demeure inchangée. Mais au bout de 1500 cycles, ils observent un délaminage entre le titane et le carbone qu'ils attribuent à un rétrécissement plus important du composite comparé au titane à chaque refroidissement. Jakubczak et al. (Jakubczak et al., 2018) se sont intéressés au CARALL 3/2-0,3 avec et sans rajout d'une couche supplémentaire de fibres de verre. Ils ont soumis les différentes éprouvettes à un cyclage thermique de 1500 cycles entre -50 et 80 °C en les maintenant pendant 26 min à chaque température. Après le cyclage, ils n'ont noté aucun délaminage et aucune microfissure au sein de la matrice ou des fibres. Cependant, après des essais de cisaillement inter-laminaire effectués sur les éprouvettes exposées et non-exposées au cyclage, ils ont constaté des modes de rupture différents. Les éprouvettes non-exposées ont très souvent présenté un délaminage à l'interface métal/composite essentiellement dans la région située au milieu de l'éprouvette, tandis que celles exposées au cyclage ont présenté un délaminage provenant essentiellement des bords des éprouvettes.

D'autre part, certains auteurs ont observé dans leurs études une influence presque inexistante du cyclage thermique sur des stratifiés composites/métal. C'est le cas de Li et al. (Li et al., 2016) qui ne voient pas apparaître de délaminage ou de défaut après 1000 cycles entre -65 et 135 °C sur un SCM verre-époxy/aluminium-lithium 3/2-0,3 (Figure 1.23). Ils soulignent

également qu'après sollicitation thermique, les échantillons affichent une résistance au cisaillement inter-laminaire aussi bonne que les échantillons non sollicités (Figure 1.24). Pendant chaque cycle, les éprouvettes ont été gardées 15 min à chaque température.

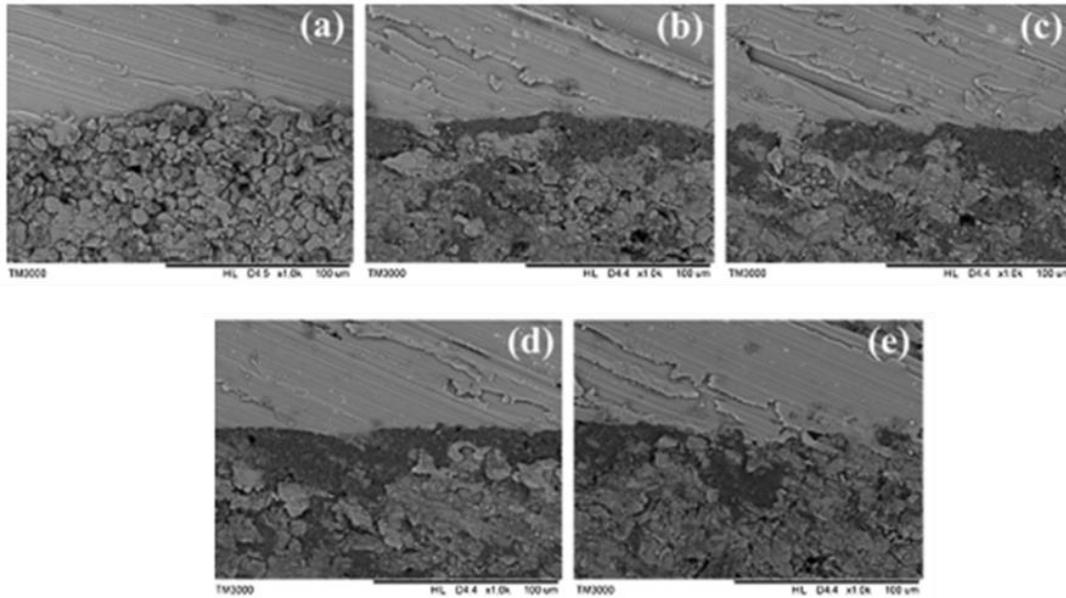


Figure 1.23 État de l'interface du SCM verre-époxy/aluminium-lithium après 0 (a), 250 (b), 500 (c), 750 (d) et 1000 cycles (Li et al., 2016)

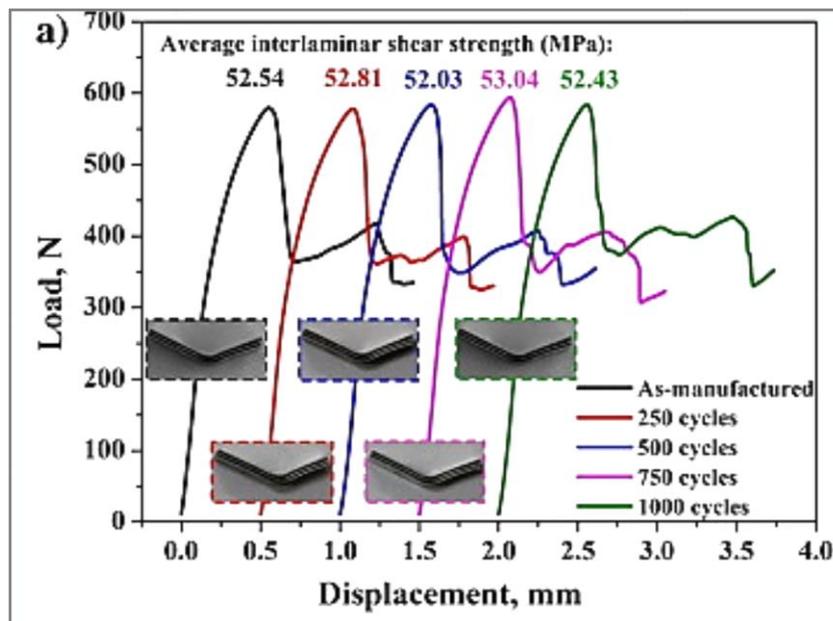


Figure 1.24 Résistance au cisaillement inter-laminaire du SCM verre-époxy/aluminium-lithium après 0, 250, 500 750 et 1000 cycles (Li et al., 2016)

Hu et al. (Hu et al., 2018) ont soumis le SCM carbone-PEEK/titane 3/2-0,3 à une fatigue thermique de 250, 500, 750 et 1000 cycles entre -65 et 135 °C. Pendant chaque cycle, les éprouvettes ont été laissées 15 minutes à chaque température. Sur différentes coupes transversales du matériau, ils n'ont observé aucun changement significatif. Ils précisent n'avoir remarqué aucune microfissure visible sur les images MEB obtenues. Ils rajoutent également que l'interface composite-titane est restée continue et intacte. Les essais de traction effectués sur les éprouvettes correspondant à chaque cycle de vieillissement ont permis de confirmer les observations microscopiques avec une différence très légère entre les courbes (Figure 1.25).

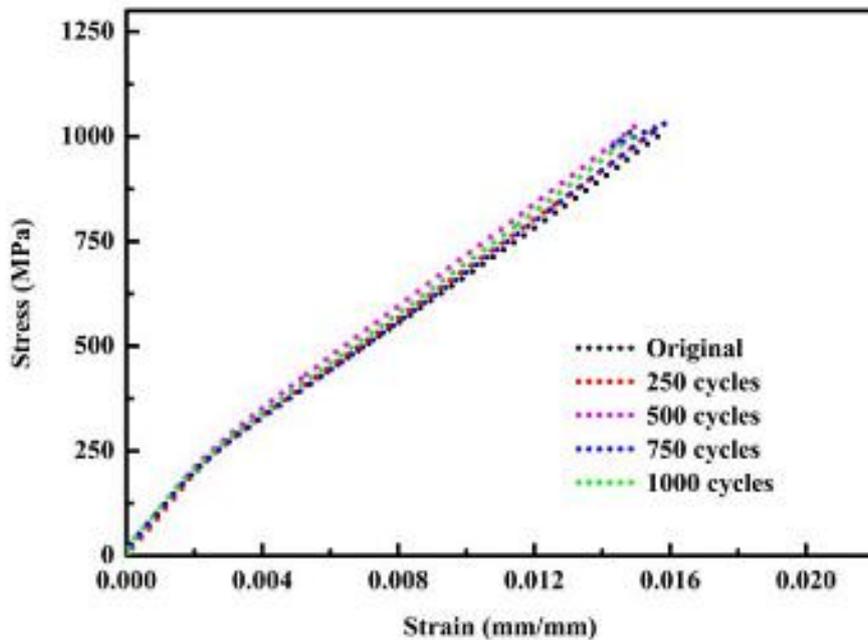


Figure 1.25 Courbes contrainte-déformation en traction du SCM carbone-PEEK/titane après 0, 250, 500, 750 et 1000 cycles (Hu et al., 2018)

Adriana et al. (Adriana et al., 2012) ont fait subir au GLARE 2/1-1,6 un cyclage thermique de 1000 et 2000 cycles entre -50 et 80 °C en maintenant les éprouvettes pendant 10 min à chaque température. Les propriétés en traction et en cisaillement inter-laminaire (Figure 1.26) sont restées presque inchangées aussi bien après 1000 cycles que 2000 cycles. Il faut quand même noter que ces auteurs ont utilisé une épaisseur de métal de 1,6 mm qui est un peu plus grande que celles qui sont généralement employées sur les SCM classiques (entre 0,2 et 0,5 mm). Les auteurs soulignent d'ailleurs que cela peut être un des paramètres responsables du très faible changement des propriétés après le cyclage.

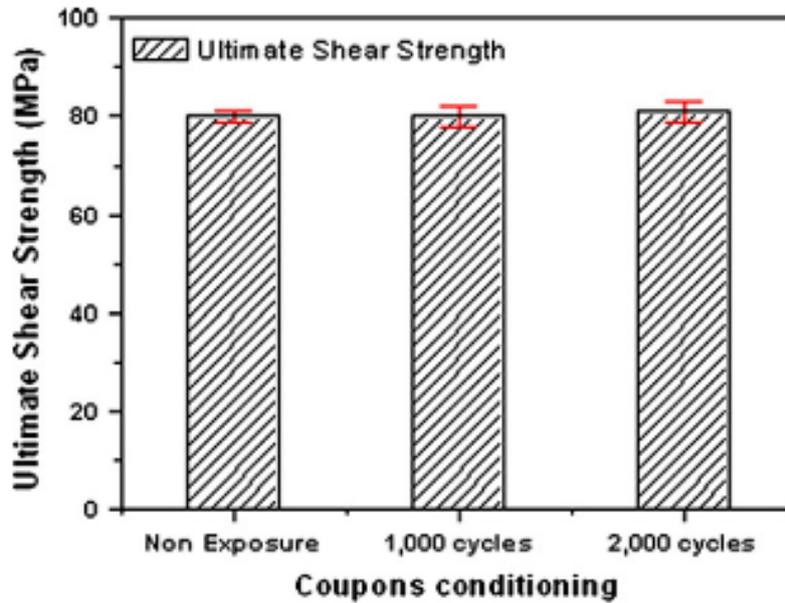


Figure 1.26 Résistance au cisaillement inter-laminaire pour 0, 1000 et 2000 cycles (Adriana et al., 2012)

## VI. Fin de vie des matériaux

Dans le contexte environnemental actuel, la question de la fin de vie des matériaux est une problématique sur laquelle il est capital de se pencher. Les matériaux qui font l'objet de cette étude sont des multimatériaux qui font intervenir dans leur constitution des parties métalliques et composites. Dans cette section, nous présenterons quelques méthodes de valorisation de chaque famille de matériaux et de l'assemblage.

### VI.1 Fin de vie des métaux

Depuis très longtemps, la recyclabilité des métaux n'est plus à démontrer, ils sont recyclables à 100%. D'après ArcelorMittal, l'acier est recyclé à plus de 62% en Europe, ce qui fait de lui le matériau possédant le meilleur taux de réutilisation. Dans le domaine de la construction, il aurait atteint un taux de 65-70% pour les armatures béton et serait monté jusqu'à 98% pour les poutrelles (Actu, 2012).

Après le tri effectué dans les poubelles ou en déchetterie, les métaux sont collectés et transportés vers des centres spécifiques où ils vont être soumis à un nouveau tri (Figure 1.27). Les espèces ferreuses attirées par les aimants (acier, fer...) sont mises d'un côté et les espèces non ferreuses de l'autre. Une autre opération de tri est par la suite effectuée afin de sélectionner avec une plus grande précision les métaux. Les étapes qui vont suivre sont le broyage, le laminage et le nettoyage suivis d'une fusion dans des fours à 1600 °C pour l'acier. Enfin, le produit obtenu va être transformé en matière première qui sera de nouveau employée dans la fabrication de nouveaux produits finis (Violet-surcouf, 2016).

Contrairement à la plupart des autres matériaux, les métaux sont recyclés sans dégradation de leur qualité. En effet, les liaisons métalliques se rétablissent lors de la re-solidification, ce qui

permet de recouvrer leurs propriétés de départ. Ils peuvent ainsi être indéfiniment réemployés pour la même application (Galvazinc.com).

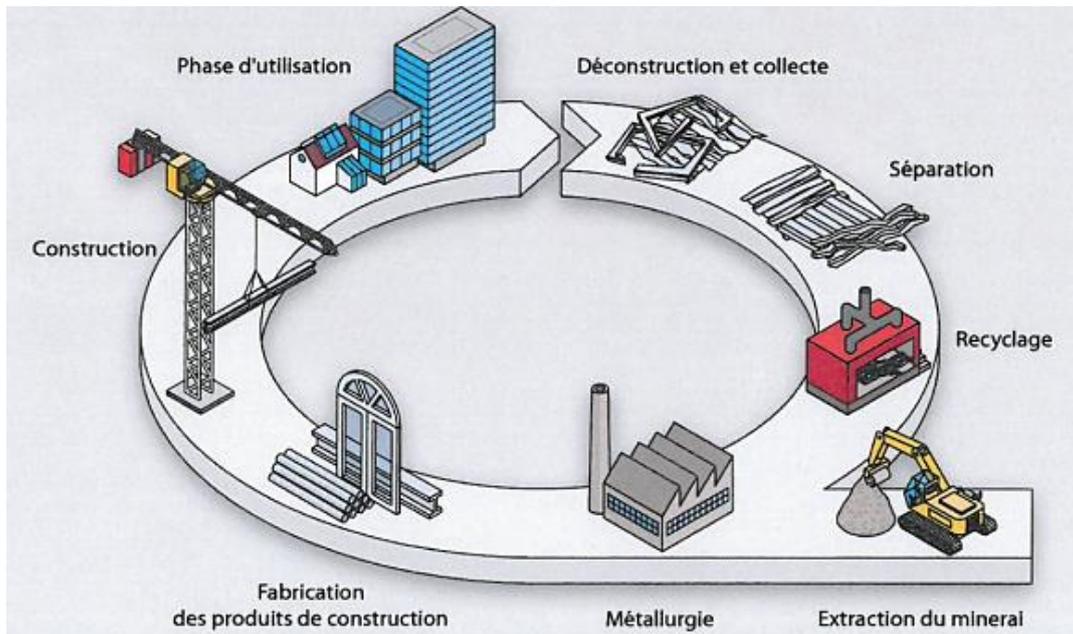


Figure 1.27 Cycle de vie des métaux recyclés (Galvazinc.com)

## VI.2 Fin de vie des composites biosourcés

D'une manière générale, la hiérarchisation édictée par l'Union Européenne (Directives, 2008) prévoit pour la gestion des déchets de matériaux composites :

- la réduction des déchets à la source par l'adoption de technologies propres et le développement d'écoproduits ;
- la valorisation des déchets par réemploi, recyclage ou toute autre action visant à obtenir à partir des déchets des matériaux réutilisables ou de l'énergie ;
- le recyclage d'une partie des constituants des matériaux ;
- le traitement des déchets par incinération :
  - avec valorisation matière et énergétique ;
  - avec valorisation énergétique seulement ;
  - sans valorisation énergétique ;
- la mise en décharge en dernier ressort.

Nous présenterons dans la section suivante quelques-unes de ces méthodes utilisées dans la valorisation des composites bio-sourcés.

### IV.2.1 Le recyclage chimique

Le recyclage chimique est basé sur la dépolymérisation par solvolysse. Un solvant réactif adapté est utilisé afin de dépolymériser la résine du composite en coupant les liaisons présentes dans le réseau macromoléculaire. Il est alors possible de récupérer les fibres et de les réutiliser.

Lorsque le traitement fait appel à un glycol, un acide, de l'eau ou un alcool on parle respectivement de glycolyse, d'acidolyse, d'hydrolyse ou d'alcoololyse (Krawczak, 2011). Bensadoun et al. (Bensadoun et al., 2016) ont procédé au recyclage chimique d'un composite lin/MAPP (polypropylène greffé à l'anhydride maléique). Dans le composite considéré dans leur étude, les renforts de lin sont présents sous forme de fibres longues unidirectionnelles. Leurs travaux ont permis de montrer que le recyclage chimique est réalisable sur de tels matériaux. En effet, en réutilisant les fibres récupérées comme renforts d'une matrice neuve, ils ont obtenu des propriétés similaires à celles du composite initial. Les auteurs soulignent cependant, que le temps de traitement, les produits chimiques nécessaires ainsi que l'équipement utilisé pour la réalisation de cette technique ont des effets négatifs sur l'environnement.

#### IV.2.2 Le recyclage mécanique

Le recyclage mécanique est une technique basée sur le broyage de la matière. Dans le cas des composites à matrice thermoplastique, cette méthode permet d'obtenir des granulés pouvant être réintégrés dans des cycles d'injection/extrusion après plusieurs cycles de production. Ceci n'est pas le cas pour les composites à matrice thermodurcissable, qui eux après broyage ne pourront qu'être utilisés en tant que charges par exemple dans les procédés de plasturgie, ou dans la formulation de matériaux pour les travaux publics.

Dans l'une de leurs études, Bourmaud et Baley (Bourmaud & Baley, 2007) se sont intéressés au recyclage de composites PP/chanvre et PP/sisal (30% de fibres en masse) en comparaison avec un composite PP/verre (30% de fibres en masse). Avant le recyclage, les propriétés mécaniques du composite PP/verre sont supérieures à celles des composites biosourcés. Mais avec le recyclage, on assiste à une décroissance de ces propriétés jusqu'à atteindre des valeurs proches de celles des composites biosourcés après 7 cycles (Figure 1.28).

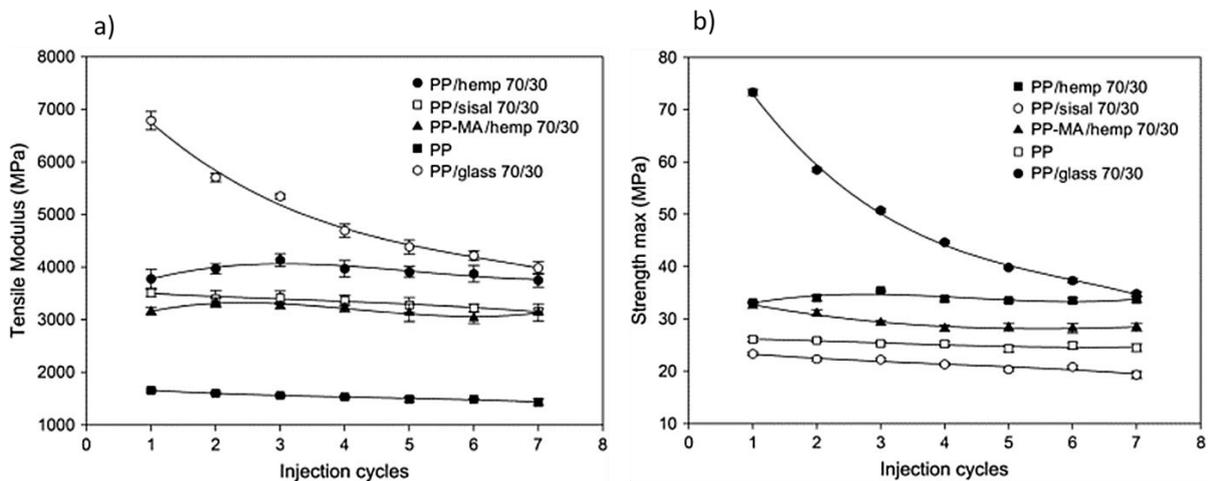


Figure 1.28 Evolution du module d'Young (a) et de la résistance en traction (b) de matériaux recyclés (Bourmaud & Baley, 2007)

Davies et al. (Davies et al., 2008) ont mené une étude sur les effets du recyclage sur un composite lin/PLLA. Après plusieurs cycles, ils ont constaté que le module d'Young n'était pratiquement pas affecté par l'opération. Cependant, le constat n'a pas été le même pour la résistance et la déformation à la rupture, qui se sont vu très affectées à partir du troisième cycle (Figure 1.29). L'une des raisons serait la forte réduction des propriétés à rupture de la matrice pure suite aux multiples injections, d'où l'importance du choix de la matrice de départ.

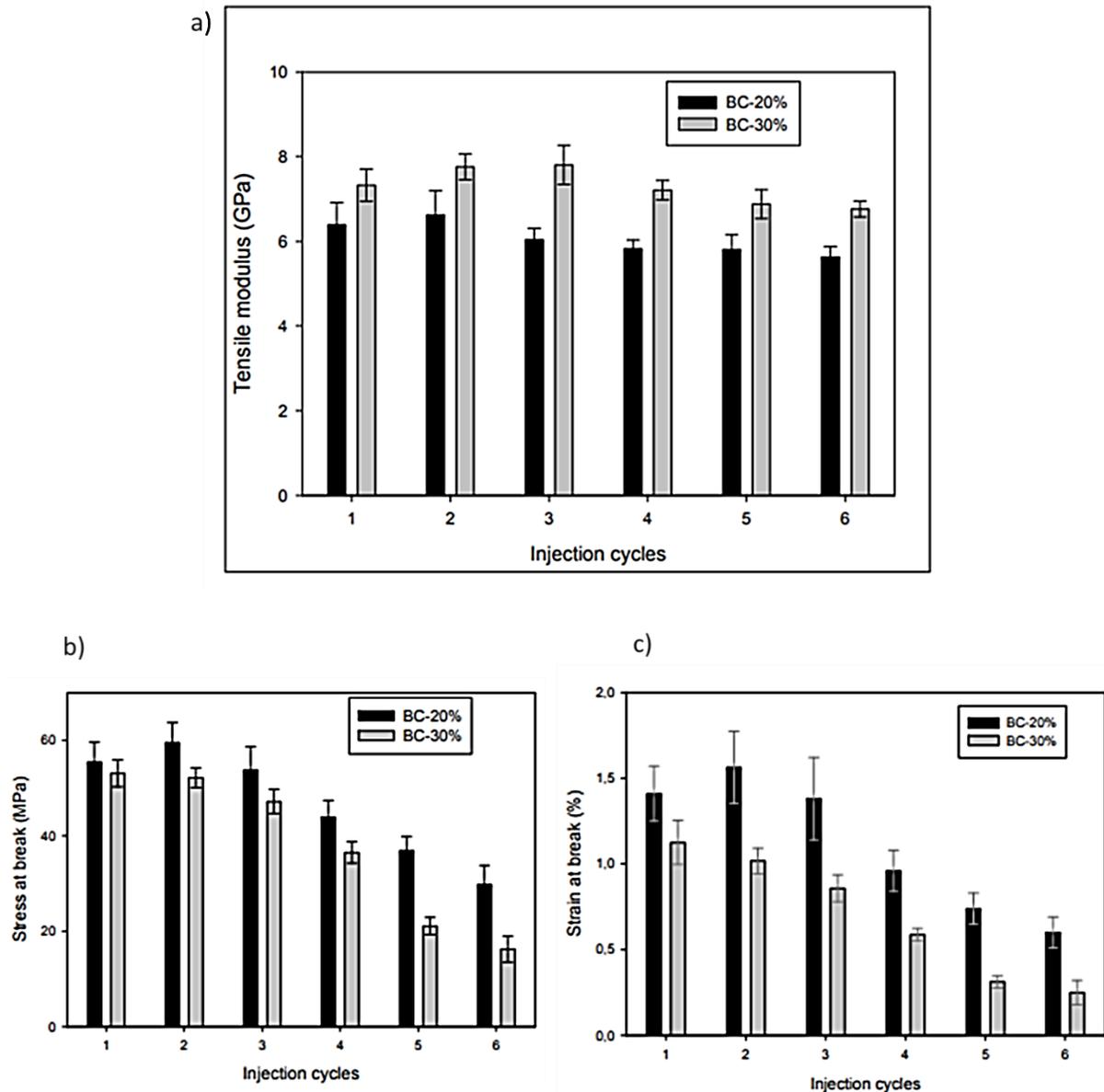


Figure 1.29 Evolution des propriétés en traction d'un composite lin/PLLA (pour un pourcentage en masse de 20% (BC-20%) et 30% (BC-30%) de fibres) en fonction des cycles d'injection : a) module, b) résistance à la rupture, c) déformation à la rupture (Davies et al., 2008)

#### IV.2.3 Le recyclage par remoulage

Cette méthode de recyclage concerne essentiellement les composites à matrice thermoplastique. Elle consiste en un simple remoulage du composite biosourcé après chauffage à une

température donnée. Cette dernière représente le paramètre le plus contraignant de cette technique, car il faut éviter d'aller au-delà de 200 °C, température à laquelle la cellulose se dégrade. Pour compenser les pertes de propriétés mécaniques des fibres, il est possible d'incorporer de nouvelles fibres.

#### **IV.2.4 Le traitement biologique**

Il consiste à tirer profit de certaines activités microbiennes en passant par une stimulation contrôlée de celles-ci, le but étant de réduire les déchets. Parmi les produits obtenus certains peuvent être valorisés sous forme énergétique (biogaz) ou sous forme de matière (compost). Ce traitement nécessite que la matière soit biodégradable. Dans l'un de leurs travaux, Pantaloni et al. (Pantaloni et al., 2020) se sont intéressés à l'évolution du compost de trois différents composites pendant six mois. Ces composites sont le lin/poly-hydroxyalkanoate (lin/PHA), le lin/poly-butylène-succinate (lin/PBS) et le lin/poly-lactide (lin/PLA). Leurs travaux ont montré que le mode de dégradation du composite dépend de la matrice polymère choisie. Pour les composites à base de matrice PHA et PBS, ils ont noté une prédominance de la dégradation de surface, tandis que pour les composites à base de PLA, une dégradation rapide est observée au niveau de l'interface fibre/matrice.

#### **IV.2.5 L'incinération**

Le traitement thermique des déchets peut se faire via des réactions d'oxydation entre la matière (gazeuse, liquide ou solide) du déchet et un agent oxydant. Pour les réactions d'oxydation réalisées dans un thermophore gazeux, avec comme agent oxydant l'air, l'oxygène ou des oxydes métalliques solides, généralement à la pression atmosphérique (l'eau incluse ou formée étant vaporisée), on parle de combustion ou d'incinération (Antonini, 2003).

L'incinération peut avoir lieu avec ou sans valorisation énergétique. Etant donné la part organique importante que possèdent les composites biosourcés, leur pouvoir calorifique est relativement élevé en comparaison à d'autres déchets pour ce qui est de la valorisation comme source d'énergie. Il serait possible d'incinérer les composites en les mélangeant avec des ordures ménagères à hauteur de 10% en UVED (Unité de Valorisation Energétique des Déchets) ou en centres d'incinération des déchets non dangereux. Ceci constituerait une solution de proximité pour des gisements de petit tonnage (ADEME, 2014).

D'après les travaux de Bensadoun et al. (Bensadoun et al., 2016) le recyclage mécanique, permet d'avoir un gain environnemental plus élevé comparé à l'incinération, qui elle-même conduit à un gain environnemental plus élevé que le recyclage chimique. Ils soulignent que le principal avantage de la technique du recyclage mécanique est la rapidité du processus, car de très grandes quantités de déchets peuvent être déchiquetées et transformées en nouveaux composants. Malgré la diminution des propriétés après recyclage, le matériau recyclé est encore suffisamment performant pour être utilisé dans des applications non structurelles. L'incinération avec récupération d'énergie reste tout de même une bonne solution de rechange puisque tous

les matériaux peuvent être entièrement brûlés et possèdent un pouvoir calorifique relativement élevé.

### VI. 3 Fin de vie d'assemblages multi-composants

La fin de vie d'assemblages multi-composants est directement influencée par le choix de la méthode d'assemblage. Remery et al. (Remery et al., 2012) ont défini 6 scénarios de fin de vie possibles pour un produit :

- **Réutilisation** : le produit est nettoyé et est ensuite directement utilisé pour une application quelconque
- **Mise à niveau** : le produit subit une réparation et ou une série de modifications pour être revendu en tant que produit remanufacturé.
- **Recyclage après désassemblage** : le produit est démonté et les différents matériaux sont séparés pour être recyclés par la suite.
- **Recyclage sans désassemblage** : le produit subit un broyage à la suite duquel les matériaux intéressants sont triés et récupérés grâce à différents procédés.
- **Incineration avec récupération d'énergie** : le produit est directement incinéré afin de produire de l'énergie.
- **Mise en décharge** : le produit est déposé sur la surface terrestre ou enfoui notamment dans les décharges spécialement conçues.

Parmi ces différents scénarios de fin de vie, le recyclage après désassemblage soulève une réelle problématique. En effet, lors de l'assemblage des pièces d'une structure, celles-ci sont généralement neuves et en bon état. Ceci n'est plus le cas lors du désassemblage car elles sont bien souvent endommagées. Ces dommages rendent difficile le désassemblage et peuvent dans certains cas empêcher la récupération des pièces. De plus, les produits à désassembler sont souvent issus de différents fabricants, ce qui oblige d'être capable de s'adapter aux différentes méthodes de conception employées. Vongbunyong et Chen (Vongbunyong & Chen, 2015) ont dressé une liste des principaux facteurs qui affectent le désassemblage :

- L'état des pièces et des attachements : plus ceux-ci sont endommagés, plus le désassemblage risque d'être difficile.
- La diversité des produits qui entraîne une grande diversité de conceptions. La structure du produit va souvent varier d'un fabricant à l'autre.
- L'ordonnancement des opérations de désassemblage : il est nécessaire de bien connaître la structure du produit, les pièces intéressantes et jusqu'à quel point il faut désassembler le produit.

Pour pallier ces problèmes, certains fabricants réalisent des marquages sur les pièces afin de signaler la présence d'un attachement et éventuellement la direction de désassemblage. Ces simples marquages aident à faciliter les opérations de désassemblage. Une autre option est l'usage de certaines techniques d'attachement permettant de désassembler les pièces sans effort conséquents. Il s'agit par exemple des techniques utilisant des matériaux répondant à la chaleur ou au magnétisme associés à une conception spécifique (Braunschweig, 2004 ; Duflou et al., 2008). Il suffit alors lors du désassemblage de chauffer le produit ou d'appliquer une force

électromagnétique pour que l'attachement se libère de lui-même. Il ne reste ensuite plus qu'à séparer les différentes pièces de la structure.

Dans la littérature, certains auteurs (Zhu et al., 2012) présentent une méthode de recyclage des stratifiés composite/métal. Cette méthode consiste à faire une séparation thermique du métal et du composite, et à recycler ensuite les déchets de métal obtenus après séparation. Les auteurs s'intéressent dans leur étude au cas du GLARE. Dans ce cas, les déchets d'alliage d'aluminium sont fondus et raffinés à 800°C pour éliminer les impuretés.

Ces études sur la fin de vie montrent que bien que les composants d'un multimatériaux peuvent présenter des possibilités de recyclage en fin de vie, leur assemblage peut poser des difficultés supplémentaires. Il est donc important d'intégrer la fin de vie de ces matériaux hybrides dès leur conception.

## **VII. Conclusion**

Il ressort de ce chapitre que les matériaux hybrides composites/métal à fibres synthétiques présentent, de par leur structure, des avantages aussi bien en termes de propriétés mécaniques que de durabilité, lorsqu'on les compare au composite seul. En effet, la sensibilité au choc et à l'environnement de ce dernier est palliée par la présence des couches métalliques. On note également que l'amélioration des propriétés mécaniques reste vraie lorsqu'on se tourne vers des hybrides à fibres végétales. L'étude de leur durabilité est cependant inexistante à notre connaissance dans la littérature ouverte. Par ailleurs, la structure des hybrides soulève certaines problématiques telles que l'adhésion à l'interface ou encore le choix d'une configuration adaptée étant donnée la gamme très variée de configurations possibles. Certains travaux ont d'ailleurs montré que le type de la configuration pouvait influencer sur certaines propriétés mécaniques. Cette étude permettra de se pencher sur ces questions en s'intéressant particulièrement aux matériaux hybrides à fibres végétales.

# Chapitre 2 : Matériaux et techniques expérimentales

L'enjeu des assemblages multimatériaux repose, entre autres, sur le besoin permanent d'améliorer les performances d'un produit, ou encore de lui apporter de nouvelles fonctionnalités. Cependant, il est important de bien choisir la méthode d'assemblage et la façon d'agencer les différents matériaux pour mieux bénéficier des avantages des différents matériaux mis en jeu. Ce chapitre présentera dans un premier temps les matériaux d'étude et leurs constituants. Ensuite, la méthode de fabrication du matériau sera présentée, et les différentes techniques expérimentales employées dans l'étude seront décrites. Cette partie est suivie de la présentation des approches analytiques utilisées pour évaluer théoriquement certaines propriétés mécaniques de l'hybride. Enfin, les méthodes d'analyse de sensibilité paramétrique employées sont présentées.

## I. Matériaux d'étude

Les matériaux étudiés dans ce travail de thèse sont des hybrides stratifiés composites/métal. Comme leur nom l'indique, deux types de matériaux entrent dans la constitution de cette famille de stratifiés : un métal et un composite. Ce dernier est lui-même constitué d'une matrice, généralement organique, et de fibres qui assurent sa résistance mécanique. Dans cette section, le choix des différents matériaux constituants les stratifiés est motivé dans un premier temps. Chacun des matériaux est ensuite décrit en détails.

### I.1 Critères de choix des constituants

- **Choix du métal** : l'application visée étant le mobilier urbain extérieur, le choix du métal s'est porté sur l'acier inoxydable afin de garantir une bonne tenue aux attaques corrosives auxquelles le mobilier pourrait être sujet en service. De plus, il fait partie des matériaux couramment utilisés dans le secteur du mobilier urbain.
- **Choix des fibres** : les fibres sélectionnées pour cette étude sont des fibres longues de lin. Ce choix a été motivé tout d'abord par leur nature biosourcée et renouvelable qui garantit une réduction de l'impact du matériau sur l'environnement par rapport aux fibres synthétiques classiques, et aussi par leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques (Lefeuvre et al., 2014 ; Ramesh, 2019).
- **Choix de la matrice organique** : deux polymères ont été considérés dans cette étude. Le premier est une résine époxy. Ce choix a été motivé par les bonnes propriétés mécaniques qu'elle possède, sa bonne stabilité dimensionnelle et sa bonne adhésion au métal. Par la suite, afin de mieux prendre en compte les enjeux environnementaux, nous avons décidé de poursuivre la deuxième partie des travaux avec une résine polypropylène de la catégorie des thermoplastiques qui présentent l'avantage d'une possibilité de recyclage en fin de vie, d'un temps de fabrication plus court et d'une

facilité de mise en œuvre (Carrillo & Cantwell, 2009 ; Reyes & Kang, 2007 ; Santiago et al., 2017).

**Choix de la méthode d'assemblage :** parmi les différentes méthodes d'assemblage usuelles telles que le boulonnage, le rivetage et le soudage, la méthode par collage a été sélectionnée pour sa facilité de mise en œuvre, son faible encombrement et la bonne étanchéité qu'elle confère au matériau final. Les deux derniers avantages de cette méthode sont également des éléments favorables pour l'aspect esthétique de la structure finale.

## I.2 Métal

Deux nuances d'acier inoxydable ont été utilisées. La première nuance est un acier inoxydable austénitique de désignation européenne 1.4310 (301 en norme américaine), fourni par la société GENIAL. Sa composition chimique est indiquée dans le Tableau 2.1. Il est souvent utilisé pour la fabrication de produits exigeant une bonne résistance à la fatigue comme les ressorts, les pièces de connectique, les lames d'interrupteur, les pièces pour l'horlogerie etc.

Eléments	C	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	Mo
<b>Pourcentage massique</b>	<0,15	16-18	7-9	<1,5	<2.0	<0,045	<0,030	<0,80

Tableau 2.1 Composition chimique acier 1.4310

La deuxième nuance correspond à l'acier inoxydable ferritique d'appellation commerciale K41X, de désignation européenne 1.4509 (441 en norme américaine). Il a été fourni par la société Aperam. Cet acier, stabilisé par du Ti et du Nb, est utilisé dans la fabrication des collecteurs d'échappement d'automobiles et dans celle des interconnecteurs de piles à combustible. Sa composition chimique est indiquée dans Tableau 2.2.

Eléments	C	Cr	N	Si	Mn	Ti+Nb
<b>Pourcentage massique</b>	0,015	17,8	0,015	0,60	0,30	<0,045%

Tableau 2.2 Composition chimique acier K41X

Ces deux aciers sont dits « chromino-formeurs », ce qui signifie qu'ils possèdent une quantité de chrome supérieure à 12% qui leur permet de former une couche passive en corrosion électrochimique et une couche de chromine à haute température, ce qui leur confère une résistance élevée à la corrosion. Dans la suite, les différents aciers seront désignés tel qu'indiqué dans le Tableau 2.3.

Acier	Nomenclature
<b>1.4310</b>	Acier 1
<b>K41X</b>	Acier 2

Tableau 2.3 Nomenclature des aciers

### I.3 Fibres et résines

Dans cette étude, les matériaux composites sélectionnés ont été fournis sous forme de pré-imprégnés, c'est à dire avec un mélange fibres/polymère déjà réalisé. Les fibres de l'étude sont des fibres de lin et les polymères sont la résine époxy et le polypropylène.

#### - Pré-imprégné lin/époxy : Flaxpreg T-UD et Flaxply BL 300

Les fibres de lin pré-imprégnées de résine époxy ont été fournies par la société Linéo. Nous avons étudié deux types de renforts : un unidirectionnel (Flaxpreg T-UD) et un tissu (Flaxply BL 300).

- **Flaxpreg T-UD**

Il s'agit d'une gamme de matériaux pré-imprégnés basés sur un système de résine thermodurcissable et de renforts de fibres unidirectionnelles. Ils conviennent à de nombreuses applications sur le marché du sport et loisirs, et des transports. Les fibres ont une masse surfacique de 110 g/m<sup>2</sup> et une fraction massique de 50%. Elles se présentent sous la forme de renforts longs unidirectionnels (Figure 2.1). La résine d'imprégnation est une résine époxy de type Huntsman XB3515 associée au durcisseur Aradur 5021. La fiche technique indique une résistance à la rupture de 365 MPa et un module d'Young de 35 GPa.



Figure 2.1 Photo du Flaxpreg T-UD

- **Flaxply BL 300**

Il s'agit d'une variété de la gamme Flaxply qui regroupe un ensemble de tissus constitués de fibres de lin ensimées pour permettre une meilleure imprégnation des fibres avec les résines thermodurcissables. Les fibres ont une masse surfacique de 300 g/m<sup>2</sup> et une fraction massique de 50%. Elles se présentent sous la forme d'un tissu sergé 2x2 équilibré (Figure 2.2). La résine d'imprégnation est là encore une résine époxy de type Huntsman XB3515 associée au durcisseur Aradur 5021.



Figure 2.2 Photo du Flaxply BL300

**- Pré-imprégné lin/polypropylène : Nattex**

Les fibres de lin pré-imprégnées de polypropylène ont été fournies par la société Dehondt Composites. Les fibres ont une masse surfacique de 900 g/m<sup>2</sup> et une fraction massique de 40%. Elles se présentent sous la forme d'un tissu sergé 3/1 (Figure 2.3). Dans cette architecture, chaque mèche de sens trame passe au-dessus de trois mèches consécutives de sens chaîne puis au-dessous d'une mèche de sens chaîne. Nous n'avons pas pu avoir plus d'informations de la part du fournisseur sur la matrice polypropylène. La fiche technique indique une résistance à la rupture de 84 MPa et un module d'Young de 8,3 GPa pour le composite.

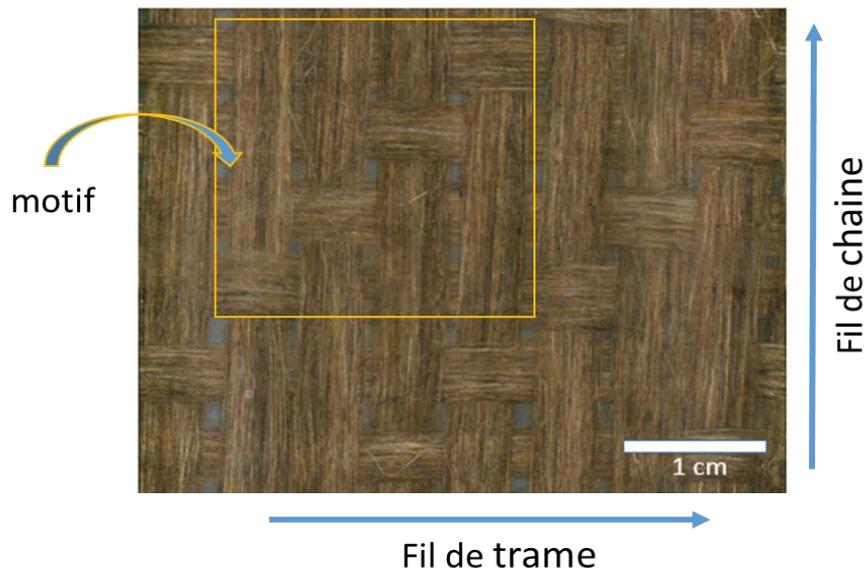


Figure 2.3 Photo du Nattex

#### I.4 Films adhésifs

Deux films adhésifs ont été utilisés (Tableau 2.4). Le premier film (F1) est un film époxy commercialement appelé ST 1035 et fourni par la société STRUCTIL. Le deuxième film (F2) est un thermoplastique à base de copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle commercialement appelé Pontacol 20.201 et fourni par la société Everad Adhesives. Sa plage de fusion est située entre 80 et 90 °C. L'adhésif a été choisi sous la forme de film sur la base de ce qui est généralement retenu dans la littérature pour la réalisation de ce type d'assemblage (Carrillo & Cantwell, 2009 ; Kuan et al., 2011 ; Li et al., 2018 ; Santiago et al., 2017). Ce choix s'est montré plutôt satisfaisant, car il présente l'avantage de faciliter la répartition plus homogène de la colle, contrairement à l'adhésif sous forme liquide dont la répartition dépend énormément de la précision de la mise en œuvre.

Film adhésif	Composition	Nomenclature
ST 1035	époxy	F1
Pontacol 20.201	copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle	F2

Tableau 2.4 Films adhésifs utilisés

## II. Procédé de fabrication

Contrairement aux matériaux composites, les procédés d'assemblages des matériaux hybrides ne sont ni normalisés, ni génériques. Il est donc nécessaire de s'interroger sur la manière d'optimiser l'adhésion d'interface, et sur la manière d'agencer les différents matériaux constitutifs de l'hybride afin d'atteindre les meilleures performances possibles. Pour ce faire, l'influence de différents paramètres a été évaluée qualitativement ou quantitativement. Les paramètres à considérer sont principalement la température, la pression, la durée, l'éventuel

recours à un adhésif, la séquence d'empilement du composite de l'hybride et la répartition des couches d'acier dans l'épaisseur. La durée, les niveaux de température et de pression ont été choisis sur la base de la connaissance des caractéristiques thermiques et rhéologiques des polymères et fibres utilisés, de travaux antérieurs et de données issues de la littérature. L'accent a été mis sur l'étude de l'influence de la présence ou non d'un film adhésif, sur l'étude de l'influence de la séquence d'empilement de la partie composite de l'hybride et sur l'étude de l'influence de la répartition des couches d'acier dans l'épaisseur de l'hybride.

La fabrication des matériaux hybrides a été effectuée par thermocompression. Ce procédé de fabrication est utilisé dans les secteurs industriels tels que l'aéronautique et l'automobile. Il consiste à mettre en forme un matériau sous l'action combinée de la pression et de la température. Cette méthode est considérée comme la mieux adaptée pour la bonne adhésion à l'interface composite/métal qu'elle permet d'obtenir grâce à la pression exercée. Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé une presse de thermocompression Fontijne Grotnes TPC 321 (Figure 2.4) composée de deux plateaux chauffants de dimensions 400 mm x 400 mm. La presse dispose d'un système de refroidissement interne assuré par de l'air et de l'eau réfrigérée qui circulent dans des canaux à l'intérieur des plateaux.



Figure 2.4 Photo de la presse de thermocompression Fontijne Grotnes TPC 321 utilisée pour fabriquer les plaques composites et hybrides

## II.1 Cas des hybrides fabriqués à partir du Flaxpreg T-UD

Pour procéder à la fabrication de ces hybrides, le Flaxpreg T-UD est retiré du congélateur et laissé à l'ambiante pendant quelques dizaines de minutes. Les plis du composite sont ensuite coupés à l'aide d'un cutter dans les orientations souhaitées. Les couches de métal quant à elles sont coupées à l'aide d'une cisaille appropriée et les faces en contact avec le composite sont poncées au papier abrasif de grain P 120 puis nettoyées et dégraissées à l'éthanol. L'acier utilisé ici est l'acier 1 (acier 1.4310). Les plis de composite sont ensuite empilés selon la stratification

voulue entre les couches métalliques. Le matériau stratifié est placé entre deux films de tissu téflonné, puis entre les deux plaques chauffantes de la presse (sans l'usage d'un moule). Les films de téflon sont utilisés pour protéger les plaques chauffantes du contact avec la résine. La cuisson se fait en exerçant une pression de 3 bars à une température de 130 °C pendant 90 min (sans post-cuisson) et les plaques sont retirées une fois la température ambiante atteinte, puis stockées à l'ambiante. Le cycle de cuisson est présenté sur la Figure 2.5. Dans un premier temps, la température augmente de 20 °C à 130 °C avec une vitesse de 3 °C/min. Elle est ensuite maintenue à 130 °C pendant 90 min, après quoi elle redescend à 20 °C avec une vitesse de refroidissement de 10 °C/min. Ces hybrides ont été fabriqués dans différentes stratifications et configurations afin d'étudier l'influence de certains paramètres sur les propriétés en flexion et en impact.

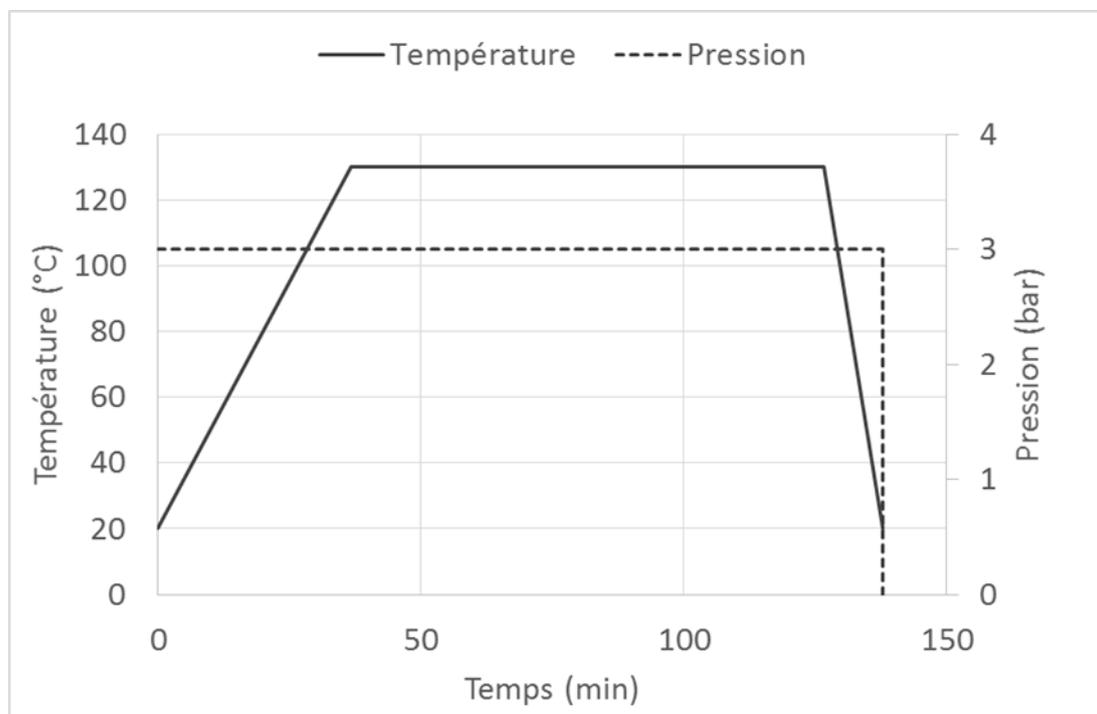


Figure 2.5 Cycle de cuisson utilisé pour la fabrication des hybrides Flaxpreg T-UD

### - Méthodes de collage

Deux méthodes ont été utilisées : le collage direct (sans film adhésif) où l'adhésion acier/composite est assurée par la résine époxy du composite, et le collage indirect où le film adhésif F1 a été ajouté aux interfaces composite/métal. Le drapage s'est fait en disposant 16 plis de préimprégné de 0,15 mm d'épaisseur chacun, entre 2 couches d'acier d'épaisseur 0,2 mm chacune. L'épaisseur finale de ces plaques est d'environ 2,9 mm. Dans les deux types d'hybride, les couches du composite ont été disposées en empilement croisé 0°/90° tel que le montre le Tableau 2.5. Une représentation schématique des hybrides sans film et avec film est donnée sur la Figure 2.6.

Types de collage	Hybride	Nomenclature	Nombre de plaques
<b>Collage direct (sans film)</b>	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	UD-CS-2/1-0,2 (SF)	3
<b>Collage indirect (avec film)</b>	[Acier 1/F1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	UD-CS-2/1-0,2 (AF)	3

Tableau 2.5 Détails sur la stratification des hybrides sans film et avec film

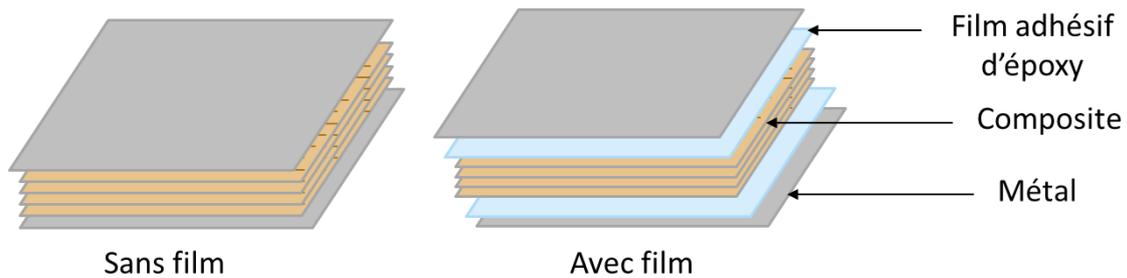


Figure 2.6 Représentation schématique de la stratification des hybrides avec et sans film adhésif

#### - Séquences d'empilement

D'autres séquences d'empilement du composite au sein de l'hybride ont également été testées. Comme précédemment, le drapage s'est fait en disposant 16 plis de préimprégné de 0,15 mm d'épaisseur chacun, entre 2 couches d'acier d'épaisseur 0,2 mm chacune. Deux stratifications du composite ont été considérées (Tableau 2.6) : une stratification croisée (décrite ci-dessus) et une stratification quasi-isotrope. L'épaisseur finale de ces plaques est d'environ 2,9 mm.

Stratification	Hybride	Nomenclature	Nombre de plaques
<b>Quasi-isotrope</b>	[Acier 1/(0°/45°/90°/-45°) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub>	UD-QI-2/1-0,2	3
<b>Croisée</b>	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	UD-CS-2/1-0,2	3

Tableau 2.6 Détails sur la stratification des hybrides croisés et quasi-isotropes

#### - Répartition des couches d'acier dans l'épaisseur

Pour ce qui est de l'étude de l'influence de la répartition des couches d'acier et de composite dans l'épaisseur, plusieurs configurations ont été considérées (Tableau 2.7) : une configuration 2/1 (deux couches d'acier et une couche de composite stratifié) et 3/2 (trois couches d'acier et deux couches de composite stratifié). Il s'agit des configurations les plus simples, elles ont été choisies pour leur facilité de réalisation. Dans la configuration 2/1, les deux couches de métal ont chacune une épaisseur de 0,3 mm, tandis que dans la configuration 3/2, les trois couches d'acier ont chacune une épaisseur de 0,2 mm. Le drapage comporte également 16 plis de

préimprégné. Dans la configuration 3/2, les plis ont été répartis de part et d'autre de la couche de métal centrale (8 plis de chaque côté). L'épaisseur totale pour les deux configurations est d'environ 3,1 mm. Une représentation schématique des hybrides de configuration 2/1 et 3/2 est donnée sur la Figure 2.7.

Configuration	Hybride	Nomenclature	Nombre de plaques
2/1	[Acier 1/(90°/0°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	UD-CS-2/1-0,3	3
3/2	[Acier 1/(90°/0°) <sub>2</sub> /(0°/90°) <sub>2</sub> /Acier 1/(90°/0°) <sub>2</sub> /(0°/90°) <sub>2</sub> /Acier 1]	UD-CS-3/1-0,2	3

Tableau 2.7 Détails sur la stratification des hybrides de configuration 2/1 et 3/2 UD

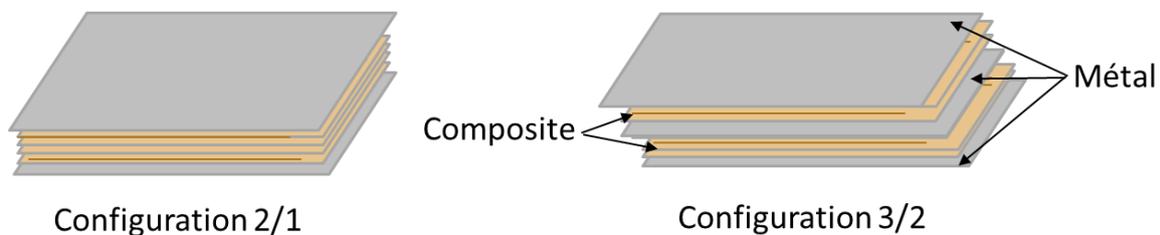


Figure 2.7 Représentation schématique de la stratification des hybrides de configuration 2/1 et 3/2

## II.2 Cas des hybrides fabriqués à partir du composite lin-époxy tissu (Flaxply BL 300)

Le procédé de fabrication des hybrides fabriqués à partir du Flaxply BL 300, est le même que celui des hybrides fabriqués à partir du Flaxpreg T-UD à quelques différences près. Le drapage a été réalisé dans ce cas avec 4 couches de préimprégné tissé d'épaisseur 0,5 mm chacune. Après cuisson, la découpe des plaques fabriquées avec ces renforts a révélé une faible adhésion entre le composite et le métal. En effet, pendant la découpe les parties métalliques se désolidarisaient des parties composites, ce qui rendait impossible l'obtention d'éprouvettes pour les différents essais. Pour pallier ce problème nous avons donc dû utiliser systématiquement le film adhésif F1 aux interfaces composite/métal. Le cycle de cuisson est le même que celui des hybrides Flaxpreg T-UD présenté sur la Figure 2.5. Ces hybrides ont été fabriqués dans les configurations 2/1 et 3/2. Leurs stratifications sont données dans le Tableau 2.8.

Configuration	Hybride	Nomenclature	Nombre de plaques
2/1	[Acier 1/F1/90°/0°/90°/0°/F1/Acier 1]	T-CS-2/1-0,3	4
3/2	[Acier1/F1/90°/0°/F1 /Acier1/F1/90°/0°/F1/Acier 1]	T-CS-3/2-0,2	3

Tableau 2.8 Détails sur la stratification des hybrides de configuration 2/1 et 3/2 tissu

### II.3 Cas des matériaux fabriqués à partir des composites lin-PP (Nattex)

A partir du Nattex, les matériaux ont été fabriqués d'une part en composite seul, d'autre part en hybride.

#### -Composite Nattex

Contrairement au Flaxpreg T-UD et au Flaxply BL 300, le rouleau de Nattex est conservé à l'ambiante. Pour procéder à la fabrication du composite, les plis du composite sont découpés à l'aide d'une cisaille dans les orientations souhaitées. Le drapage a été réalisé avec 4 couches de préimprégné tissé d'épaisseur 0,8 mm chacune. Le matériau stratifié a été consolidé en exerçant une pression de 3 bars à une température de 170 °C pendant 5 min. Dans un premier temps, les couches de composite ont été disposées dans un empilement 0°/90°. Cependant cette disposition des couches entraînait une chasse importante de fibres sur les bords libres de telle sorte que la zone non-affectée ne permettait d'avoir qu'un nombre très réduit d'éprouvettes. Pour pallier cela, les 4 couches du composite ont été disposées à 45° comme le montre la Figure 2.8. Le cycle de mise en œuvre du composite est présenté sur la Figure 2.9. Tout d'abord, la température augmente de 20 °C à 170 °C avec une vitesse de 5 °C/min. Elle est ensuite maintenue pendant 5 min à 170 °C, puis elle redescend à 20 °C avec une vitesse de refroidissement de 5 °C/min.



Figure 2.8 Composite Nattex

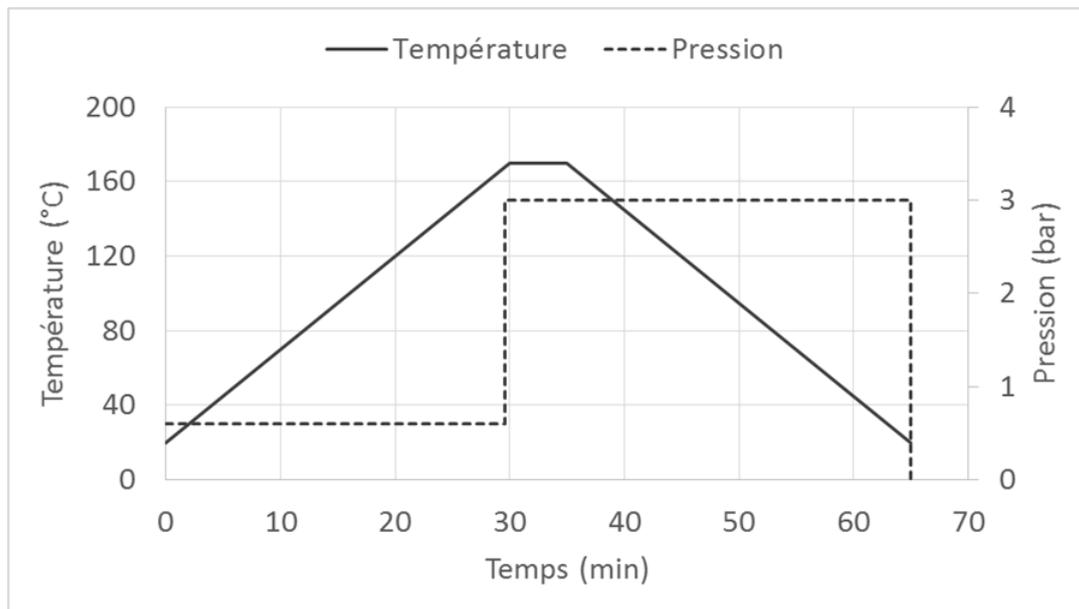


Figure 2.9 Cycle de cuisson utilisé pour la fabrication des composites Nattex (Nat) et des hybrides Nattex (Nat-CS-2/1-0,2)

### -Hybride Nattex

L'acier utilisé ici est l'acier 2 (acier K41X) et la préparation de ses surfaces a été faite de la même manière que celle décrite précédemment dans le cas des autres hybrides. Entre deux couches d'acier, les plis de Nattex ont été disposés suivant la même stratification que les plis

du composite Nattex seul. Le film F2 a été placé aux interfaces composite/métal afin de garantir une bonne adhésion. Le cycle de mise en œuvre utilisé est le même que celui utilisé pour les composites Nattex (Figure 2.9). Les photos d'une plaque composite et d'une plaque hybride sont présentées sur la Figure 2.10.

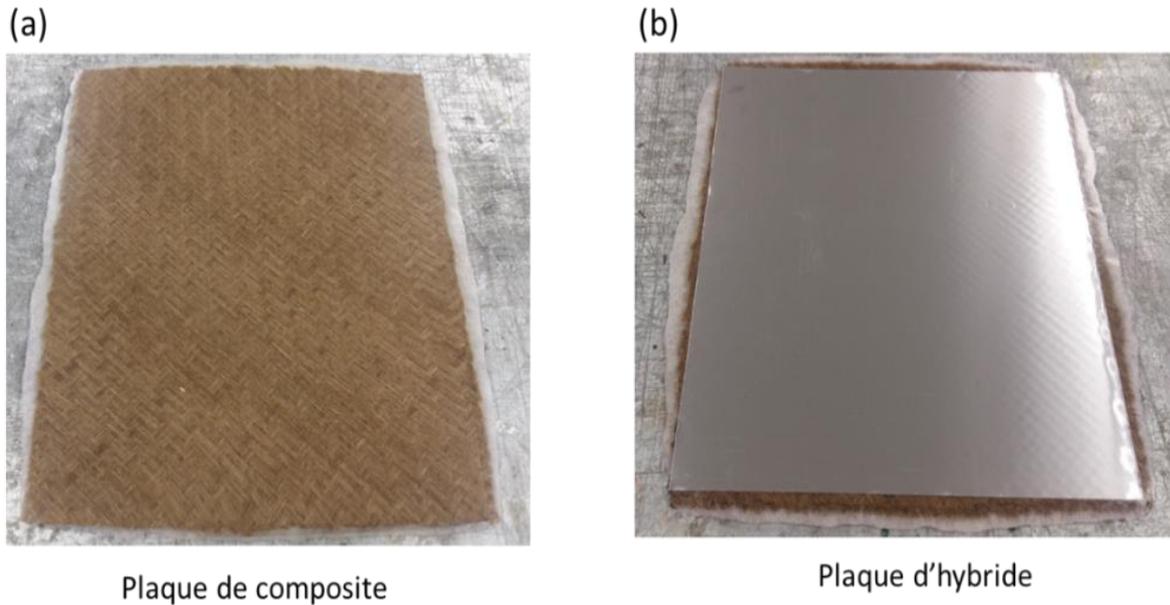


Figure 2.10 Plaques de composite et d'hybride fabriquées à partir du Nattex

Les stratifications des matériaux fabriqués à partir du Nattex sont données dans le Tableau 2.9.

Configuration	Hybride	Nomenclature	Nombre de plaques
<b>Nattex</b>	$(45^\circ/-45^\circ)_2$	Nat	10
<b>Hybride Nattex</b>	[Acier 2/F2/ $(45^\circ/-45^\circ)_2$ /F2/Acier 2]	Nat-CS-2/1-0,2	12

Tableau 2.9 Détails sur la stratification des matériaux fabriqués à partir du Nattex

Le Tableau 2.10 ci-dessous donne un récapitulatif des différents matériaux étudiés.

Matériaux	Nombre de couche d'acier	Nombre de plis de composite	Epaisseur d'une couche de métal (mm)	Stratification	Epaisseur totale (mm)	Nombre de plaques	Nomenclature
Hybride UD-sans film	2	16	0,2	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	2,92	3	UD-CS-2/1-0,2 (SF)
Hybride UD-avec film F1	2	16	0,2	[Acier 1/F1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	2,96	3	UD-CS-2/1-0,2 (AF)
Hybride UD-quasi-isotrope	2	16	0,2	[Acier 1/(0°/45°/90°/-45°) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub>	2,8	3	UD-QI-2/1-0,2
Hybride UD-Croisé	2	16	0,2	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	2,9	3	UD-CS-2/1-0,2
Hybride UD-2/1	2	16	0,3	[Acier 1/(90°/0°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	3,1	3	UD-CS-2/1-0,3
Hybride UD-3/2	3	16	0,2	[Acier 1/90°/0°/Acier 1/90°/0°/Acier 1]	3,1	3	UD-CS-3/2-0,2
Hybride Tissu-2/1	2	4	0,3	[Acier 1/F1/90°/0°] <sub>s</sub>	2,7	4	T-CS-2/1-0,3
Hybride Tissu-3/2	3	4	0,2	[Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1]	2,9	3	T-CS-3/2-0,2
Composite Nattex	0	4	-	(45°/-45°) <sub>2</sub>	3,4	10	Nat
Hybride Nattex	2	4	0,2	[Acier 2/F2/(45°/-45°) <sub>2</sub> /F2/Acier 2]	3,78	12	Nat-CS-2/1-0,2

Tableau 2.10 Récapitulatif des différents matériaux étudiés

## **II.4 Découpe**

Pour obtenir les éprouvettes dans les dimensions souhaitées pour les différentes caractérisations décrites ci-dessous, les plaques fabriquées uniquement à base de composite ont été découpées à la scie à ruban. Pour ce qui est des plaques hybrides les premières coupes ont été faites à l'aide d'une cisaille guillotine, mais par la suite nous avons préféré une découpe jet d'eau qui présente de meilleures performances (découpe plus précise, absence d'écrasement des bords). Ainsi, les plaques hybrides fabriquées avec des composites à base de résine époxy ont été découpées à l'aide d'une cisaille guillotine et celles fabriquées à base de Nattex ont été découpées au jet d'eau. Après découpe, les éprouvettes ont été stockées à l'ambiante.

## **III. Techniques de caractérisation**

### **III.1 Techniques de caractérisation mécanique**

#### **III.1.1 Essai de traction**

Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante sur une machine à vis MTS Criterion C45 équipée d'un capteur de force de 100 kN. Les tests ont été réalisés sur des éprouvettes composites et hybrides de dimensions 250 mm x 25 mm et sur une éprouvette d'acier K41X de dimension 220 mm x 30 mm, avec une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min. Un extensomètre d'une longueur de jauge de 50 mm a été utilisé pour mesurer la déformation longitudinale des composites et des hybrides. Dans le cas de l'acier, l'extensomètre utilisé a une longueur de jauge de 10 mm. Les essais ont été réalisés sans usage de talons.

#### **III.1.2 Essai de flexion trois points**

Les essais de flexion trois points ont été réalisés selon la norme ISO 14125. Le dispositif de flexion a été monté sur une machine de traction équipée d'un capteur de force de 5 kN. La machine de traction est de marque Shimadzu pour les essais effectués sur hybrides lin-époxy, et de marque MTS pour les essais effectués sur les composites et hybrides Nattex (Figure 2.11). Les essais ont été réalisés avec une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min sur des éprouvettes de forme rectangulaire. Pour les matériaux fabriqués à partir de lin-époxy, les éprouvettes sont de dimensions 100 mm x 15 mm et la distance entre appuis est de 60 mm. Pour ce qui est des éprouvettes fabriquées à partir du Nattex, le motif élémentaire (l'armure) du tissu étant de plus grandes dimensions que celui du BL 300, des éprouvettes plus grandes (170 mm x 25 mm) ont été utilisées afin de garantir une représentation correcte du matériau étudié. La distance entre appuis a également été augmentée à 100 mm. Les stratifications des éprouvettes de flexion sont indiquées dans le Tableau 2.11.

<b>Matériaux</b>	<b>Stratifications</b>
<b>UD-CS-2/1-0,2 (SF)</b>	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-CS-2/1-0,2 (AF)</b>	[Acier 1/F1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-QI-2/1-0,2</b>	[Acier 1/(0°/45°/90°/-45°) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-CS-2/1-0,2</b>	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD- CS-2/1-0,3</b>	[Acier 1/(90°/0°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-CS-3/2-0,2</b>	[Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1]
<b>T- CS-2/1-0,3</b>	[Acier 1/F1/90°/0°] <sub>s</sub>
<b>T-CS-3/2-0,2</b>	[Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1]
<b>Nat</b>	(90°/0°) <sub>2</sub>
<b>Nat-CS-2/1-0,2</b>	[Acier 2/(90°/0°) <sub>2</sub> /Acier 2]

Tableau 2.11 Détails sur les stratifications des éprouvettes de flexion

La force F et le déplacement S de la traverse enregistrés pendant l'essai permettent de déterminer le module en flexion au travers de l'équation (2.1).

$$E = \frac{L'^3}{4bh^3} \frac{\Delta F}{\Delta S} \quad (2.1)$$

où L' est la distance entre les deux appuis inférieurs, b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette.

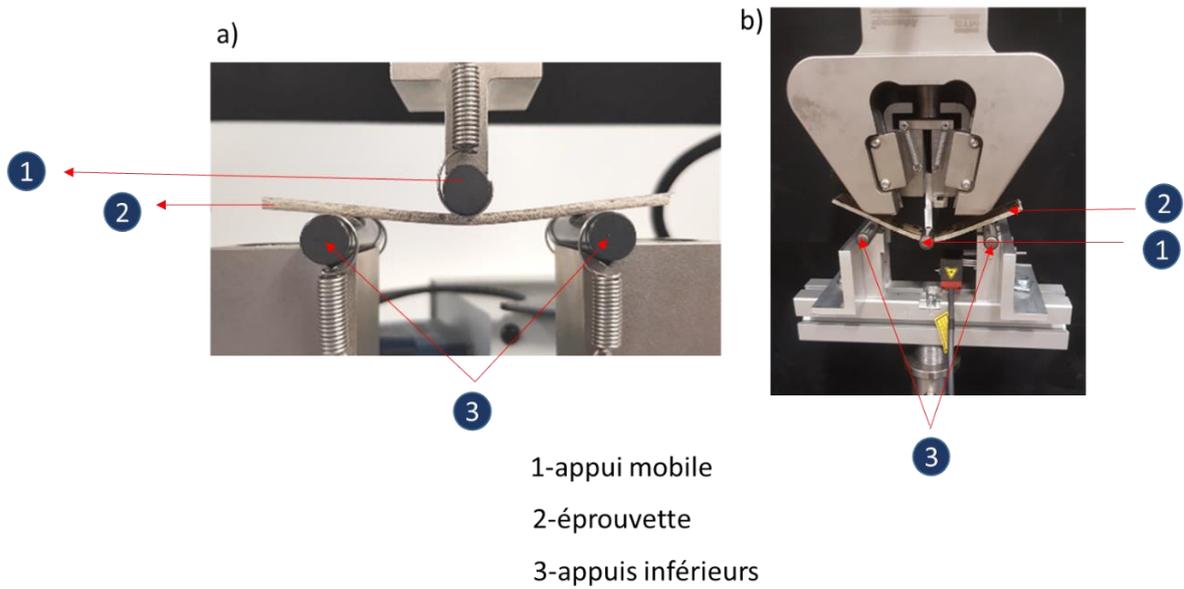


Figure 2.11 Dispositifs de flexion trois points

### III.1.3 Essai de flexion quatre points

Les essais de flexion quatre points ont été réalisés sur la même machine (marque MTS) et dans les mêmes conditions que les essais de flexion trois points. Le montage est présenté sur la Figure 2.12. La distance entre appuis inférieurs  $L$  est de 120 mm et celle entre appuis supérieurs est de 40 mm. Ces essais ont été effectués afin de déterminer, par combinaison avec les essais de flexion trois points, la rigidité en flexion et en cisaillement des éprouvettes hybrides Nat-CS-2/1-0,2. La géométrie et les dimensions des éprouvettes sont les mêmes que celles des éprouvettes soumises aux essais de flexion trois points. La vitesse de déplacement de la traverse est de 2 mm/min.

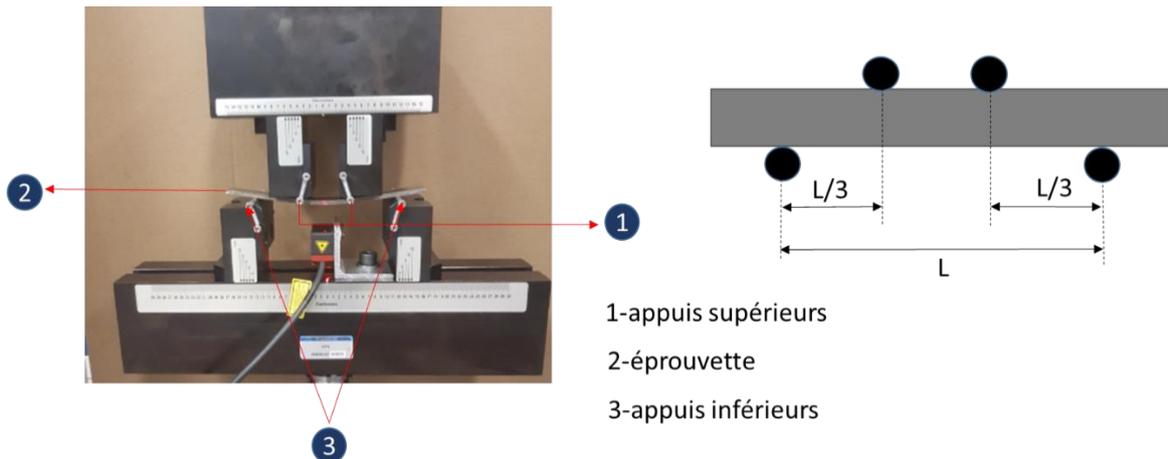


Figure 2.12 Dispositif de flexion quatre points

La rigidité en flexion D et la rigidité en cisaillement F ont été déterminées à partir des essais de flexion 3 points et 4 points suivant le système d'équation (2.2) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \beta = \left( -\frac{1}{2} \left( -\frac{L^2}{8} + \frac{l^2}{6} \right) \right) \frac{1}{D} + \frac{1}{2} \frac{1}{F} \quad \text{Flexion 4 points} \\ \beta' = \frac{L'^3}{48} \frac{1}{D} + \frac{L'}{4} \frac{1}{F} \quad \text{Flexion 3 points} \end{array} \right. \quad (2.2)$$

Où L : distance entre appuis inférieurs de l'essai de flexion 4 points, L' : distance entre appuis inférieurs de l'essai de flexion 3 points,  $l=L/3$ ,  $\beta$  : rapport de la flèche au centre sur l'effort total pour la flexion quatre points,  $\beta'$  : rapport de la flèche au centre sur l'effort total pour la flexion trois points.

Les expressions de la rigidité en flexion D et de la rigidité en cisaillement F sont données respectivement par les relations (2.3) et (2.4).

$$D = \frac{LL' (23L^2 - 18L'^2)}{432 (3\beta L' - 2\beta' L)} \quad (2.3)$$

$$F = \frac{LL' (23L^2 - 18L'^2)}{4 (23\beta' L^3 - 27\beta L'^3)} \quad (2.4)$$

#### III.1.4 Essai de flexion sur appuis rapprochés

Les essais de flexion sur appuis rapprochés ont été réalisés sur des éprouvettes rectangulaires de composite de dimensions 60 mm x 30 mm x 6 mm placées sur des appuis inférieurs distants de  $D = 30$  mm (Figure 2.13). Le dispositif de l'essai a été monté sur une machine de traction Shimadzu équipée d'un capteur de force de 5 kN. La vitesse de déplacement de la traverse est de 1 mm/min. Ces essais ont été réalisés afin de déterminer le module de cisaillement  $G_{13}$  des composites Nat. Sa valeur est calculée à partir de l'expression (2.5) (Rouby, 2005).

$$f = \frac{FD^3}{4EBh^3} + \frac{3FD}{10G_{13}Bh} \quad (2.5)$$

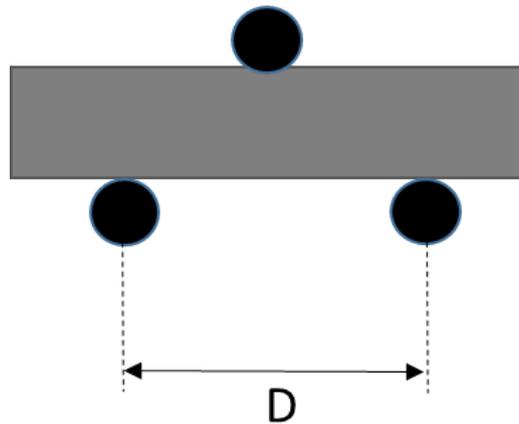


Figure 2.13 Flexion sur appuis rapprochés

où  $f$  : flèche,  $F$  : effort appliqué,  $D$  : distance entre appuis inférieurs,  $E$  : module de flexion,  $B$  : largeur de l'éprouvette,  $h$  : épaisseur de l'éprouvette.

### III.1.5 Essai d'impact

Les essais d'impact ont été réalisés sur une tour de chute Instron Dynatup 9250 (Figure 2.14) équipée d'une masse tombante et d'un impacteur à extrémité hémisphérique de 20 mm de diamètre. Ces essais ont été effectués sur les hybrides acier/lin-époxy, sur les composites lin-polypropylène (Nattex) et sur les hybrides acier/lin-polypropylène. Pour les hybrides fabriqués à partir de lin-époxy, les essais ont été réalisés avec une masse tombante de 4,79 kg aux 3 énergies d'impact 10, 20 et 50 J ; pour les matériaux fabriqués à partir de lin-polypropylène, les essais ont été réalisés avec une masse tombante de 5,88 kg uniquement à 20 J. Pour ces différents essais, les dimensions d'éprouvettes sont de 100×100 mm<sup>2</sup>. A partir de la courbe force-déplacement, la force maximale d'impact ( $F_{max}$ ) est relevée et l'énergie absorbée est déterminée en calculant l'aire sous la courbe (Figure 2.15). Les stratifications des éprouvettes d'impact sont données dans le Tableau 2.12.



Figure 2.14 Machine d'impact Instron Dynatup 9250HV

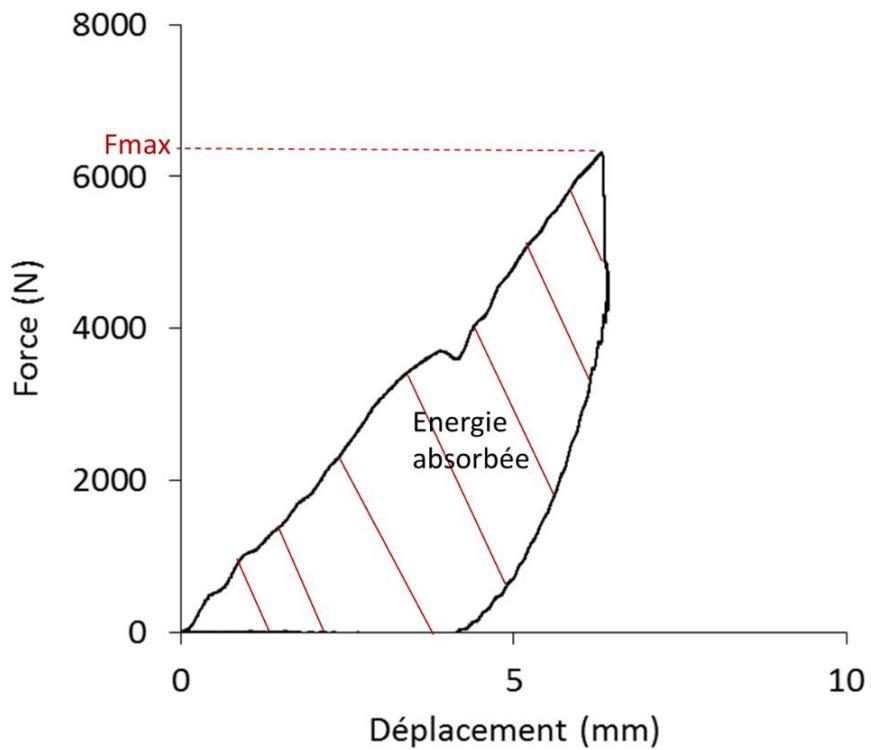


Figure 2.15 Courbe force-déplacement typique d'un essai d'impact

<b>Matériaux</b>	<b>Stratifications</b>
<b>UD-CS-2/1-0,2 (SF)</b>	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD- CS-2/1-0,2 (AF)</b>	[Acier 1/F1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-QI-2/1-0,2</b>	[Acier 1/(0°/45°/90°/-45°) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-CS-2/1-0,2</b>	[Acier 1/(0°/90°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-CS-2/1-0,3</b>	[Acier 1/(90°/0°) <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
<b>UD-CS-3/2-0,2</b>	[Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1]
<b>T-CS-2/1-0,3</b>	[Acier 1/F1/90°/0°] <sub>s</sub>
<b>T-CS-3/2-0,2</b>	[Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1/F1/90°/0°/F1/Acier 1]
<b>Nat</b>	(45°/-45°) <sub>2</sub>
<b>Nat-CS-2/1-0,2</b>	[Acier 2/(45°/-45°) <sub>2</sub> /Acier 2]

Tableau 2.12 Détails sur les stratifications des éprouvettes d'impact

## III.2 Techniques de caractérisation microstructurale

### III.2.1 Microscope opto-numérique

Un microscope opto-numérique a été utilisé pour observer la surface des composites lin-PP ayant subi un vieillissement thermique. Il a également permis d'observer les faciès de quasi-rupture des hybrides non vieillis et vieillis après des essais de flexion 3 points. Aucune préparation préalable des éprouvettes n'a été nécessaire.

Les observations ont été faites à l'aide d'un microscope opto-numérique 2D-3D DSX 510 Olympus équipé d'une unité de contrôle et d'un boîtier de commande, d'un logiciel d'acquisition DSX, et d'un logiciel Stream d'analyse d'images. Cet appareil permet de faire des observations en champ clair, champ sombre, en mode MIX (mélange champ clair et sombre), en contraste interférentiel (DIC), polarisation.

### III.2.2 Microscope électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) a permis d'étudier la morphologie de surface et en coupe transverse des échantillons avant et après vieillissement. Il a également été utilisé pour observer les faciès de rupture des hybrides non vieillis et vieillis après des essais de flexion 3 points.

L'appareil majoritairement utilisé pour ces observations est un microscope JEOL JSM-7600F à émission de champ (Figure 2.16). Il est couplé à un détecteur d'émission de rayonnement X permettant, par analyse des émissions caractéristiques des éléments, de déterminer la composition chimique locale d'un échantillon. Pour nos observations, étant donné la nature non conductrice (composites) ou partiellement conductrice (hybrides) des matériaux observés, les échantillons ont été métallisés en les revêtant d'une couche d'or ou de carbone avant leur observation au MEB.



Figure 2.16 Microscope électronique à balayage JEOL JSM-7600F

### III.3 Technique de caractérisation thermique

#### Dilatométrie

Cette technique permet de mesurer les changements dimensionnels d'un échantillon en fonction de la température, du temps et de la nature de l'atmosphère. Le dilatomètre possède un four et un capteur qui mesure les variations de longueur. L'appareil utilisé ici est un dilatomètre

NETZSCH, équipé d'un logiciel d'acquisition des données DIL 402PC-on et d'un logiciel de traitement de données Proteus Analysis. L'appareil a permis d'enregistrer les courbes d'évolution des variations dimensionnelles des échantillons en fonction de la température en atmosphère ambiante. La déformation thermique est reliée à la variation de température selon les équations (2.6) et (2.7).

$$\varepsilon_{ij} = \alpha_{ij}\Delta T \quad (2.6)$$

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \alpha_{11} & \alpha_{12} & \alpha_{13} \\ \alpha_{21} & \alpha_{22} & \alpha_{23} \\ \alpha_{31} & \alpha_{32} & \alpha_{33} \end{pmatrix} \Delta T \quad (2.7)$$

où  $\varepsilon_{ij}$  est la déformation thermique,  $\alpha_{ij}$  le tenseur de dilatation thermique et  $\Delta T$  est la variation de température.

Le coefficient de dilatation thermique a été déterminé en calculant la pente de la partie linéaire de la courbe  $f(\Delta T) = \varepsilon$ . Ces essais ont été réalisés uniquement sur le Nattex, et la stratification de l'échantillon est la même que celle des éprouvettes réalisées (soit 0/90), l'angle 0° représentant l'orientation du sens chaîne du tissu. La Figure 2.17 ci-dessous donne une représentation de la tranche sur laquelle le coefficient de dilatation a été mesuré.

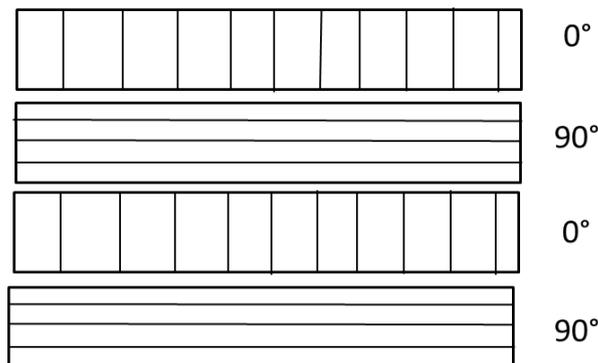


Figure 2.17 Image donnant la vue de la tranche sur laquelle le coefficient de dilatation a été mesuré

Le schéma de température utilisé est indiqué dans le Tableau 2.13. Deux cycles de chauffage ont été réalisés. Le premier cycle a permis de sécher les échantillons. Effectivement, certains des matériaux utilisés étant fortement hygroscopiques, les variations dimensionnelles induites par un changement thermique peuvent résulter à la fois de la modification de la teneur en eau de l'échantillon (retrait/gonflement) et de sa dilatation thermique. Ces deux contributions peuvent être dissociées en utilisant les deux cycles thermiques proposés. Le deuxième cycle, relatant uniquement les variations dimensionnelles induites par la dilatation thermique, permet d'effectuer une mesure fiable du coefficient de dilatation thermique.

<b>Dynamique</b>	<b>Température</b>	<b>Vitesse</b>
<b>Chauffage</b>	100 °C	2 K/min
<b>Isotherme</b>	100 °C	Pendant 40 min
<b>Refroidissement</b>	20 °C	-2 K/min
<b>Isotherme</b>	20 °C	Pendant 40 min
<b>Chauffage</b>	100°C	2 K/min
<b>Refroidissement</b>	20°C	-2 K/min

Tableau 2.13 Détail du protocole expérimental utilisé pour les essais de dilatométrie

### III.4 Techniques de caractérisation chimique

#### III.4.1 Chromatographie d'exclusion stérique

La chromatographie d'exclusion stérique a été utilisée pour déterminer la masse moléculaire du polypropylène utilisé dans le Nattex. C'est une méthode de chromatographie en phase liquide, constituée d'une phase dite stationnaire matérialisée par un gel mésoporeux, et une phase dite mobile représentée par une solution diluée. Du nom de « Size Exclusion Chromatography » (SEC) en anglais, son principe repose sur la séparation des macromolécules du polymère en exploitant la différence de leur taille. Le diamètre des petites molécules étant inférieur au diamètre des pores du gel, elles vont pouvoir pénétrer dans les billes du gel. Les grosses molécules quant à elles ne pourront pas s'introduire dans les pores du gel en raison de leur grande taille, elles auront donc un trajet plus court et seront éluées les premières (Figure 2.18).

Les analyses ont été effectuées grâce à un chromatographe AGILENT équipé de deux colonnes PL gel connectées en série et d'un système de triple détection (indice de réfraction, viscosimètre et diffusion de lumière). Le solvant utilisé est du 1,2,4 Trichlorobenzène (TCB) stabilisé par 0,025% en masse de Butylhydroxytoluène (BHT) puis filtré à 0,22 µm.

Pour calculer les valeurs des masses molaires des échantillons, il est nécessaire de faire un étalonnage. Celui-ci est effectué avec un étalon de PS dissous dans du TCB et placé à 140 °C sous agitation pendant 1 heure.

Les échantillons de polymères sont dissous à une concentration d'environ 2 mg/ml avec du TCB pour chaque essai. La mise en solution des échantillons est effectuée à 140 °C pendant 1 h sous agitation. Après la mise en solution, une filtration à chaud est nécessaire. L'analyse a ensuite été effectuée à 145 °C avec un débit de 1 ml/min.

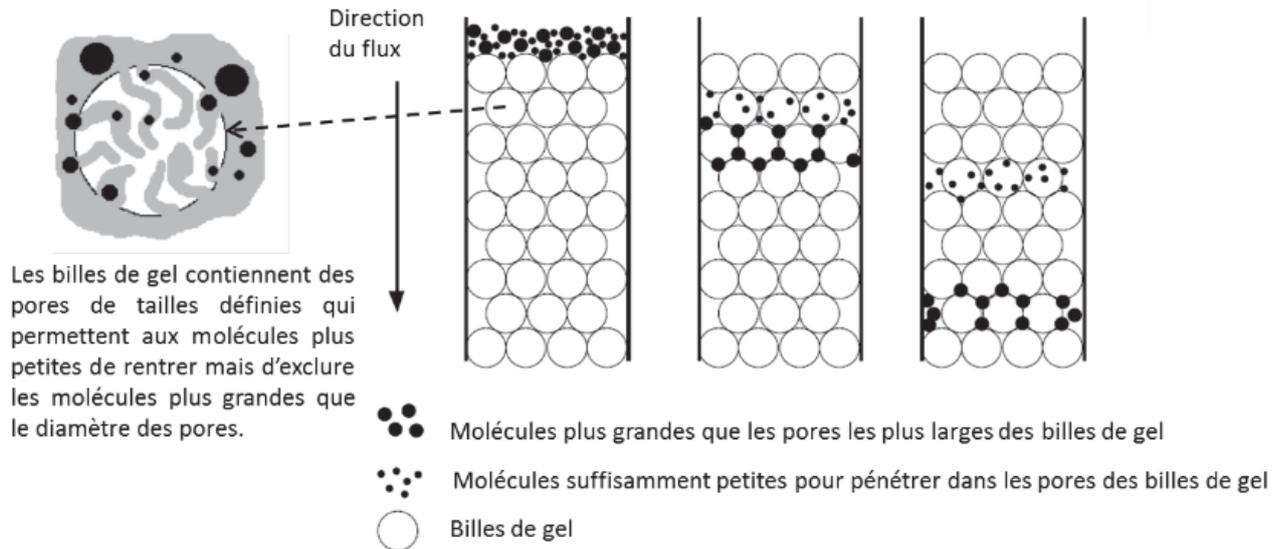


Figure 2.18 Principe de la chromatographie d'exclusion stérique

La masse moléculaire moyenne en nombre  $M_n$ , la masse moléculaire moyenne en poids  $M_w$  et l'indice de polydispersité  $I$  sont trois paramètres qui permettent d'évaluer la distribution de la taille des chaînes macromoléculaires du polymère. Leurs expressions sont données respectivement par les relations (2.8), (2.9) et (2.10).

$$M_n = \frac{\sum n_i M_i}{\sum n_i} \quad (2.8)$$

$$M_w = \frac{\sum n_i M_i^2}{\sum n_i M_i} \quad (2.9)$$

$$I = \frac{M_w}{M_n} \quad (2.10)$$

où  $i$  est le degré de polymérisation,  $n_i$  le nombre de molécules de degré de polymérisation  $i$ , et  $M_i$  la masse moléculaire de degré de polymérisation  $i$ .

### III.4.2 Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une technique non-destructive qui consiste à faire interagir un rayonnement infrarouge avec un échantillon pouvant être à l'état solide, liquide ou gazeux. Dans cette interaction, ce dernier va absorber certaines radiations du rayonnement. Il sera ainsi possible d'identifier certaines fonctions chimiques présentes dans les molécules de l'échantillon en faisant une analyse des radiations absorbées. En effet, les fréquences de vibrations des groupes d'atomes constituant les molécules dépendent peu du reste de la molécule, ceci permet de reconnaître aisément certaines liaisons ou groupes caractéristiques, et donc certaines fonctions chimiques.

Cette technique a été utilisée dans le cadre de l'analyse de l'effet du vieillissement thermique sur les éprouvettes composite Nattex. Pour cela des échantillons non vieillis et vieillis ont été analysés.

Les analyses infrarouges ont été réalisées avec un spectromètre Nicolet 380 associé à un dispositif Diamant Durascope. Les spectres ont été enregistrés entre 4000 et 600  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 4  $\text{cm}^{-1}$  et une accumulation de 32 spectres. La profondeur de pénétration du faisceau infrarouge est comprise entre 0,6 et 4,5  $\mu\text{m}$ .

## IV. Méthodes théoriques et numériques

### IV.1 Approches analytiques

De par leur configuration, différentes approches analytiques peuvent être envisagées dans le cadre de la détermination des propriétés en flexion des hybrides. Dans cette section, deux approches usuelles sont présentées dans les grandes lignes. La première est la théorie classique des stratifiés et la deuxième est l'approche sandwich.

#### IV.1.1 Théorie classique des stratifiés

La théorie classique des stratifiés permet d'estimer les contraintes et les déformations dans un stratifié. Ce dernier est constitué de plusieurs plis et les propriétés de chacun d'eux sont définies en fonction du type de matériau et de l'orientation des renforts. Cette théorie est bien décrite dans le livre de Berthelot (Berthelot, 2010). Les hypothèses considérées dans la théorie sont les suivantes :

- Les déplacements et déformations restent petits.
- Les interfaces entre les plis sont parfaites.
- La section de la plaque reste normale au plan moyen au cours du chargement.
- L'état de contrainte est plan.

Les propriétés de chaque pli peuvent être exprimées soit dans le repère rapporté à ce pli (1,2,3) soit dans le repère global du stratifié (x,y,z).

Les matériaux constituant les plis se caractérisent ainsi par les propriétés élastiques  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $\nu_{12}$ , et  $G_{12}$ . La relation entre les contraintes et les déformations dans le repère du pli est donnée en notation de Voigt par l'équation (2.11) :

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \gamma_{12} \end{pmatrix} \quad (2.11)$$

où les coefficients  $Q_{ij}$  représentant les constantes de rigidité réduites dans un état de contraintes planes sont donnés par les expressions (2.12) ci-dessous.

$$Q_{11} = \frac{E_1}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_2}{E_1}}, \quad Q_{22} = \frac{E_2}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_2}{E_1}}, \quad Q_{12} = \frac{\nu_{12} E_2}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_2}{E_1}}, \quad Q_{66} = \frac{E_1}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_2}{E_1}} \quad (2.12)$$

En considérant l'élément de stratifié de la Figure 2.19, La matrice de rigidité  $[Q']_k$  du pli  $k$  dans le repère global s'obtient par la relation (2.13).

$$[Q']_k = [T]_k^{-1} [Q]_k [T]_k \quad (2.13)$$

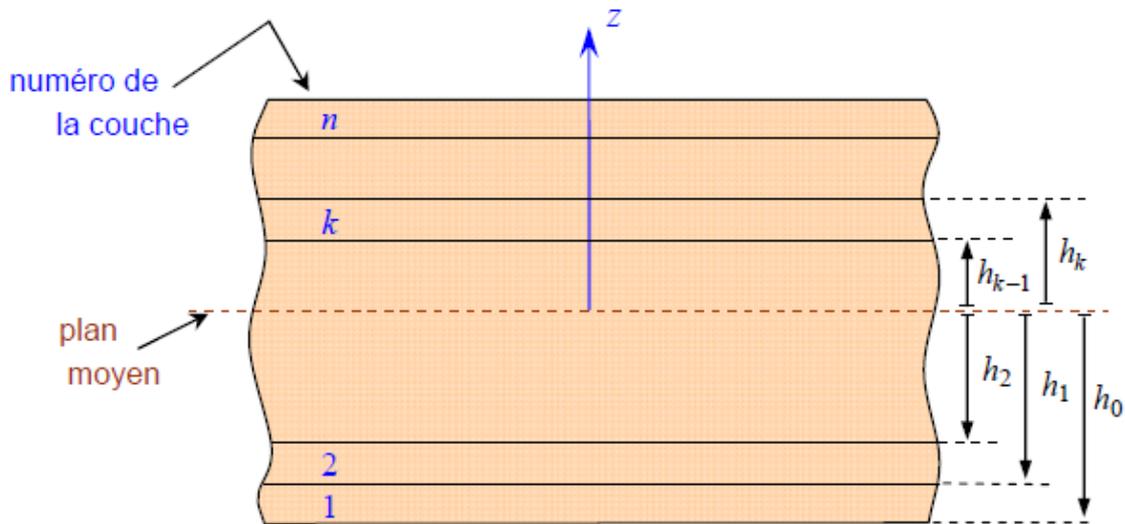


Figure 2.19 Élément de stratifié (Berthelot, 2010)

Les contraintes dans la couche  $k$  sont données par la relation (2.14)

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix}_k = \begin{bmatrix} Q'_{11} & Q'_{12} & Q'_{16} \\ Q'_{12} & Q'_{22} & Q'_{26} \\ Q'_{16} & Q'_{26} & Q'_{66} \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix}_k \quad (2.14)$$

Les expressions des  $Q'_{ij}$  sont données par la relation (2.15) ci-dessous :

$$\left\{ \begin{array}{l} Q'_{11} = Q_{11} \cos^4 \theta + Q_{22} \sin^4 \theta + 2(Q_{12} + 2Q_{66}) \sin^2 \theta \cos^2 \theta \\ Q'_{12} = (Q_{11} + Q_{22} - 4Q_{66}) \sin^2 \theta \cos^2 \theta + Q_{12}(\sin^4 \theta + \cos^4 \theta) \\ Q'_{16} = (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66}) \sin \theta \cos^3 \theta + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66}) \sin^3 \theta \cos \theta \\ Q'_{22} = Q_{11} \sin^4 \theta + Q_{22} \cos^4 \theta + 2(Q_{12} + 2Q_{66}) \sin^2 \theta \cos^2 \theta \\ Q'_{26} = (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66}) \sin^3 \theta \cos \theta + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66}) \sin \theta \cos^3 \theta \\ Q'_{66} = (Q_{11} + Q_{22} - 4Q_{66}) \sin^2 \theta \cos^2 \theta + Q_{12}(\sin^4 \theta + \cos^4 \theta) \end{array} \right. \quad (2.15)$$

La relation entre les contraintes et les déformations dans le repère global est donnée par les relations (2.16).  $\varepsilon_{xx}^0, \varepsilon_{yy}^0$  et  $\gamma_{xy}^0$  sont les déformations en membrane et  $\kappa_x, \kappa_y$  et  $\kappa_{xy}$  sont les courbures en flexion et en torsion.

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix}_k = \begin{bmatrix} Q'_{11} & Q'_{12} & Q'_{16} \\ Q'_{12} & Q'_{22} & Q'_{26} \\ Q'_{16} & Q'_{26} & Q'_{66} \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \end{bmatrix} + z \begin{bmatrix} Q'_{11} & Q'_{12} & Q'_{16} \\ Q'_{12} & Q'_{22} & Q'_{26} \\ Q'_{16} & Q'_{26} & Q'_{66} \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

Les résultantes en membrane sont données par la relation (2.17) où A et B s'expriment selon les relations (2.18) et (2.19).

$$N(x, y) = A\varepsilon_m(x, y) + B\kappa(x, y) \quad (2.17)$$

où

$$A = \sum_{k=1}^n (h_k - h_{k-1}) Q'_k \quad (2.18)$$

$$A = [A_{ij}] \quad \text{avec} \quad A_{ij} = \sum_{k=1}^n (h_k - h_{k-1}) (Q'_{ij})_k$$

et

$$B = \sum_{k=1}^n \frac{1}{2} (h_k^2 - h_{k-1}^2) Q'_k \quad (2.19)$$

$$B = [B_{ij}] \quad \text{avec} \quad B_{ij} = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n (h_k^2 - h_{k-1}^2) (Q'_{ij})_k$$

La relation (2.20) ci-dessous donne l'expression développée des résultantes en membrane.

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{16} \\ A_{12} & A_{22} & A_{26} \\ A_{16} & A_{26} & A_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} B_{11} & B_{12} & B_{16} \\ B_{12} & B_{22} & B_{26} \\ B_{16} & B_{26} & B_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (2.20)$$

Le champ des moments est donné par la relation (2.21) où D s'exprime selon la relation (2.22).

$$M_f(x, y) = B\varepsilon_m(x, y) + D\kappa(x, y) \quad (2.21)$$

et

$$D = \sum_{k=1}^n \frac{1}{3} (h_k^3 - h_{k-1}^3) Q'_k$$

$$D = [D_{ij}] \quad \text{avec} \quad D_{ij} = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^n (h_k^3 - h_{k-1}^3) (Q'_{ij})_k \quad (2.22)$$

L'expression développée des moments de flexion et de torsion est donnée par l'équation (2.23).

$$\begin{bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} B_{11} & B_{12} & B_{16} \\ B_{12} & B_{22} & B_{26} \\ B_{16} & B_{26} & B_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} D_{11} & D_{12} & D_{16} \\ D_{12} & D_{22} & D_{26} \\ D_{16} & D_{26} & D_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (2.23)$$

Les résultantes et les moments peuvent être rassemblés tel que présenté sur l'équation (2.24).

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{16} & B_{11} & B_{12} & B_{16} \\ A_{12} & A_{22} & A_{26} & B_{12} & B_{22} & B_{26} \\ A_{16} & A_{26} & A_{66} & B_{16} & B_{26} & B_{66} \\ B_{11} & B_{12} & B_{16} & D_{11} & D_{12} & D_{16} \\ B_{12} & B_{22} & B_{26} & D_{12} & D_{22} & D_{26} \\ B_{16} & B_{26} & B_{66} & D_{16} & D_{26} & D_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^0 \\ \varepsilon_{yy}^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{bmatrix} \quad (2.24)$$

L'équation (2.24) peut encore s'écrire sous la forme (2.25) :

$$\begin{bmatrix} N \\ M \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ B & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_m \\ \kappa \end{bmatrix} \quad (2.25)$$

Les composantes des matrices A, B et D s'expriment suivant les formules (2.26) :

$$\begin{aligned} A_{ij} &= \sum_{k=1}^n (h_k - h_{k-1}) (Q'_{ij})_k \\ B_{ij} &= \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n (h_k^2 - h_{k-1}^2) (Q'_{ij})_k \\ D_{ij} &= \frac{1}{3} \sum_{k=1}^n (h_k^3 - h_{k-1}^3) (Q'_{ij})_k \end{aligned} \quad (2.26)$$

La matrice A est la matrice de rigidité en membrane, la matrice D est la matrice de rigidité en flexion et la matrice B est la matrice de couplage membrane-flexion-torsion. Ce couplage résulte de la structure en couches de matériaux de caractéristiques mécaniques différentes. Il est nul dans le cas où le stratifié est symétrique.

Dans le cas d'une poutre en flexion 3 points, en tenant compte du cisaillement transverse, la flèche au centre  $w_c$  est donnée par la relation (2.27) où le coefficient de cisaillement S et le module  $E_x$  sont respectivement donnés par les relations (2.28) et (2.29).

$$w_c = \frac{PL^3}{4bh^3E_x} (1 + S) \quad (2.27)$$

$$S = \frac{E_x}{G_{xz}} \left( \frac{h}{L} \right)^2 \quad (2.28)$$

$$E_x = \frac{12}{h^3 D_{11}^*} \quad (2.29)$$

avec  $P$  : charge,  $L$  : portée,  $E_x$  : module théorique,  $b$  : largeur poutre,  $h$  : épaisseur poutre,  $G_{xy}$  : module de cisaillement,  $S$  : coefficient de cisaillement,  $D_{11}^*$  : premier élément de l'inverse de la matrice  $D$ .

#### IV.1.2 Approche sandwich

Par définition, un matériau sandwich est une structure dans laquelle une âme épaisse et légère est placée entre deux peaux minces et rigides, l'assemblage étant assuré par collage ou soudage (Figure 2.20). Pour une épaisseur d'âme  $c$  et une épaisseur de peau  $t$ , le rapport d'épaisseur est tel que  $t/c$  est compris entre 0,1 et 0,01.

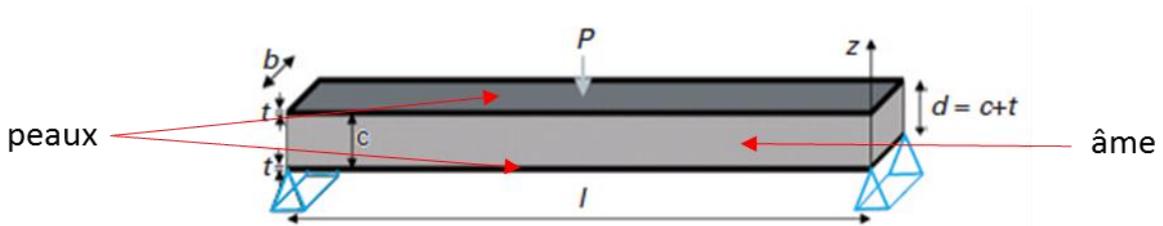


Figure 2.20 Poutre en matériau sandwich (Binétruy, 2019)

Pour un essai de flexion trois points sur une poutre sandwich telle que schématisée sur la Figure 2.20 ci-dessus, on a les caractéristiques suivantes (Binétruy, 2019) :

- la rigidité en flexion équivalente  $(EI)_{eq}$  est donnée par la relation (2.30) :

$$(EI)_{eq} = \frac{E_f b t^3}{6} + \frac{E_c b c^3}{12} + \frac{E_f b t d^2}{2} \quad (2.30)$$

- et la rigidité équivalente en cisaillement est donnée par la relation (2.31) :

$$(AG)_{eq} = \frac{b d^2 G_c}{c} \quad (2.31)$$

où :

- $E_f$  et  $t$  sont respectivement le module et l'épaisseur du matériau constituant les peaux.
- $E_c$ ,  $c$  et  $G_c$  sont respectivement le module d'Young, l'épaisseur et le module de cisaillement du matériau constituant l'âme.
- $b$  est la largeur de l'éprouvette sandwich.
- $d$  est la somme de l'épaisseur de l'âme et de l'épaisseur d'une peau ( $d=c+t$ ).

Dans l'équation (2.30), les deux premiers termes représentent les rigidités en flexion des peaux et de l'âme par rapport à l'axe neutre de chacun des éléments. Ils sont généralement petits comparés au troisième dans la conception des structures sandwiches. Il décrit quant à lui la rigidité en flexion des peaux par rapport à l'axe neutre de la poutre.

Si les peaux de la poutre sandwich sont beaucoup plus fines que l'âme, l'épaisseur totale de la poutre sandwich peut être assimilée à celle de l'âme. Dans ce cas, les rigidités en flexion et en cisaillement équivalentes de l'ensemble sont bien approchées respectivement par les relations (2.32) et (2.33).

$$(EI)_{eq} = \frac{E_f b t c^2}{2} \quad (2.32)$$

$$(AG)_{eq} = bcG_c \quad (2.33)$$

Lorsqu'une charge concentrée  $P$  est appliquée sur la poutre, celle-ci fléchit (Figure 2.21).

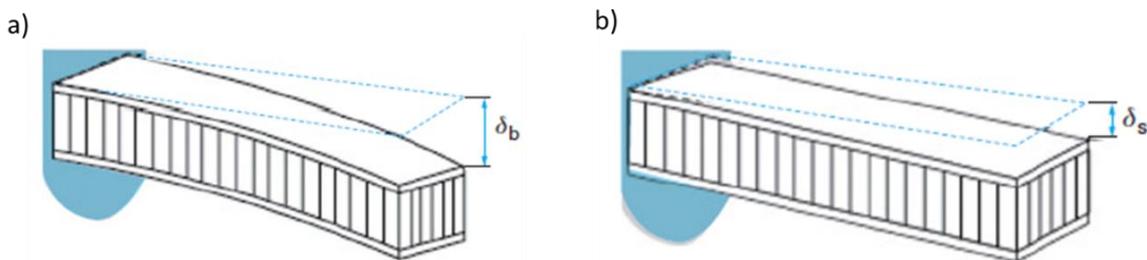


Figure 2.21 Flèche d'une poutre sandwich en flexion : a) flèche due au moment fléchissant, b) flèche due aux contraintes de cisaillement de l'âme (Binétruy, 2019)

La flèche de la poutre  $\delta$  est la somme d'une composante  $\delta_b$  due à la rigidité en flexion et d'une composante  $\delta_s$  due à la rigidité en cisaillement tel qu'exprimé par la relation (2.34).

$$\delta = \delta_b + \delta_s = \frac{PL^3}{B_1(EI)_{eq}} + \frac{PL}{B_2(AG)_{eq}} \quad (2.34)$$

où  $L$  est la portée et  $B_1$  et  $B_2$  sont des constantes appelées coefficients d'encastrement, résultant des conditions aux limites. Quelques valeurs de  $B_1$  et  $B_2$  pour des chargements donnés sont regroupées dans le Tableau 2.14.

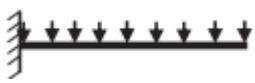
Type de chargement	B <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>
	3	1
	8	2
	48	4
	$\frac{384}{5}$	8
	192	4
	384	8

Tableau 2.14 Valeurs des constantes B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> pour la flexion des poutres en matériau sandwich (Binétruy, 2019)

## IV.2 Méthode d'analyse de sensibilité

L'analyse de sensibilité permet d'évaluer qualitativement ou quantitativement la sensibilité d'une variable de sortie Y par rapport aux variables d'entrée X<sub>i</sub>. Elle aide ainsi à identifier les variables ayant le plus grand degré d'influence sur la sortie. Dans cette étude, une analyse de sensibilité a été menée sur l'approche sandwich. Cette section présentera les deux méthodes employées à cet effet.

### IV.2.1 Méthode de Morris

La méthode de Morris est une alternative bien adaptée lorsque le nombre de facteurs incertains est élevé et/ou que le modèle est coûteux à calculer. Cette méthode est basée sur le calcul, pour chaque entrée, d'un certain nombre de ratios différentiels appelés effets élémentaires (EE) dont on fait ensuite la moyenne pour évaluer l'importance globale de l'entrée (Campolongo et al., 2007). L'avantage de la méthode consiste en son «économie» en termes de nombre d'évaluations de modèles nécessaires (Campolongo & Saltelli, 1997). La philosophie qui a guidé la méthode originale de l'EE (Morris, 1991) est de déterminer quels facteurs d'entrée peuvent être considérés comme ayant des effets qui sont (1) négligeables, (2) linéaires et additifs, ou (3) non linéaires ou impliqués dans des interactions avec d'autres facteurs.

Dans cette méthode, bien que le maillage s'effectue sur une échelle globale, seuls les points appartenant à la grille multidimensionnelle construite par la méthode peuvent être évalués. Pour un nombre k de paramètres, lors du maillage, leur plage de variation est discrétisée en Q niveaux. Le croisement de ces derniers définit un ensemble de nœuds Q<sup>k</sup>. La méthode de Morris consiste à échantillonner ces nœuds par un ensemble de r trajectoires aléatoires dont chacune

passer par  $k+1$  nœuds de telle sorte qu'un seul paramètre varie à la fois. L'influence de chaque paramètre (effet élémentaire) est déterminée en comparant les simulations d'une trajectoire entre lesquelles seul le paramètre  $X_i$  a varié. En analysant chaque trajectoire, il est ainsi possible d'évaluer l'influence de chaque paramètre sur la sortie en calculant la moyenne de ces effets  $\mu$ , et d'évaluer la variabilité de ces effets en calculant l'écart type  $\sigma$ . Ce dernier dépend de la non linéarité de la réponse et/ou des interactions avec les autres paramètres (Campolongo et al., 2007).

#### IV.2.2 Méthode de Sobol

La méthode de Sobol s'appuie sur le calcul d'indices appelés indices de Sobol. Ces indices sont définis par décomposition complète de la variance de sortie. Ils estiment la part de variance (dispersion) de la sortie du modèle induite par chaque entrée perturbée. Les indices sont compris entre 0 et 1, et leur somme vaut 1. Un indice élevé indique une forte influence du paramètre associé sur la variable de la sortie. Pour un modèle donné de paramètre de sortie  $Y$  et pour un ensemble  $X=(X_1, \dots, X_d)$  de paramètres aléatoires et mutuellement indépendants, la décomposition de la variable fonctionnelle est donnée par la relation (2.35) (Iooss, 2011).

$$\text{Var}[Y] = \sum_{i=1}^d V_i(Y) + \sum_{i<j} V_{ij}(Y) + \sum_{i<j<k} V_{ijk} + \dots + V_{12\dots d}(Y) \quad (2.35)$$

Les indices de sensibilité du premier ordre  $S_i$ , du second ordre  $S_{ij}$ , du troisième ordre  $S_{ijk}$  et ainsi de suite sont définis tel qu'il suit (2.36) :

$$S_i = \frac{V_i(Y)}{\text{Var}(Y)}; \quad S_{ij} = \frac{V_{ij}(Y)}{\text{Var}(Y)}; \quad S_{ijk} = \frac{V_{ijk}(Y)}{\text{Var}(Y)}; \quad \dots \quad (2.36)$$

La notion d'indice total est introduite par Homma et Saltelli (Homma & Saltelli, 1996) pour exprimer tous les effets d'un paramètre d'entrée sur la sortie (2.37) :

$$S_{T_i} = S_i + \sum_{i=1}^d S_{ij} + \sum_{j \neq i, k \neq i, j < k} S_{ijk} + \dots = \sum_{l \in \#i} S_l \quad (2.37)$$

Où  $\#i$  représente tous les sous-ensembles d'indices contenant l'indice  $i$ . En pratique, pour un nombre  $d$  grand, on se contente de l'estimation et de l'interprétation des indices d'ordre un et des indices totaux.

## V. Conclusion

Ayant à présent décrit nos différents matériaux d'étude ainsi que les techniques expérimentales employées, dans le chapitre suivant nous allons nous intéresser au comportement mécanique de ces hybrides après une caractérisation de leurs différents constituants.

# Chapitre 3 : Comportement mécanique des matériaux hybrides

Ce chapitre est le premier chapitre du manuscrit livrant les résultats scientifiques collectés pendant cette thèse. Il propose d'évaluer les performances mécaniques de différents types de structures hybrides composites biosourcés/métal. L'objectif est de déterminer l'influence de la nature des constituants et de différents paramètres de conception, de fabrication et d'assemblage sur le comportement des hybrides. Les performances mécaniques sont évaluées sur la base du comportement et des propriétés en flexion et à l'impact.

Les propriétés des différents constituants des hybrides sont étudiées dans un premier temps. La deuxième section est dédiée à une large étude d'hybrides composites/métal lin/époxy. L'influence de l'architecture du renfort (nappes UD ou tissés), de la stratification des couches composites (quasi-isotrope ou croisée), de la structuration du sandwich (configurations 2/1 et 3/2) et de la méthode d'assemblage (avec ou sans adhésif) sur les performances mécaniques est étudiée.

La troisième partie est dédiée à la caractérisation d'un hybride réalisé avec une matrice thermoplastique. La structure étudiée (2/1) a été choisie sur la base des enseignements et conclusions obtenus lors de l'étude paramétrique réalisée sur l'hybride à composite à matrice thermodurcissable.

La quatrième partie présente une analyse de sensibilité menée afin d'identifier les paramètres les plus influents sur les prédictions.

La cinquième partie propose une étude comparative entre différentes solutions de matériaux. Une première comparaison est faite entre un hybride réalisé à partir d'un composite à matrice thermodurcissable (acier/lin-époxy) et un hybride réalisé à partir d'un composite à matrice thermoplastique (acier/lin-polypropylène), une deuxième comparaison est faite entre ce dernier et un hybride acier/polypropylène (sans les fibres de lin) dans le but d'évaluer l'influence de la présence des fibres au sein de l'hybride. Enfin une troisième comparaison est faite entre des solutions hybrides et des solutions monomatériaux généralement employées pour le mobilier urbain.

## I. Propriétés des constituants des matériaux hybrides

Les solutions hybrides étudiées dans ce travail résultent de l'assemblage de plusieurs constituants appartenant à deux grandes familles de matériaux : les composites à matrice organique et les aciers. Pour la catégorie des composites à matrice organique, le Flaxpreg T-UD, le Flaxply BL 300 et le Nattex ont été utilisés. Pour les aciers, l'acier 1.4310 et l'acier K41X ont été retenus. Ces matériaux ont été brièvement présentés dans le chapitre précédent. La connaissance de leur comportement et de leurs propriétés mécaniques est nécessaire avant d'aborder l'échelle des hybrides. Certains de ces matériaux sont standards et très largement utilisés et documentés. C'est le cas des aciers inoxydables pour lesquels nous avons essentiellement considéré les propriétés issues de leurs fiches techniques. Les composites à fibres végétales sont, quant à eux, plus récents et moins bien connus. Certains de ces matériaux

ont néanmoins déjà été caractérisés dans de précédentes études. Il s'agit notamment du Flaxpreg T-UD et du Flaxply BL 300 (Pieuchot, 2019 ; Strohrmann & Hajek, 2019). Pour ces matériaux, nous avons donc considéré les propriétés mécaniques provenant de la littérature. Quelques essais de traction simple ont néanmoins été réalisés afin de vérifier les performances des matériaux utilisés. Le composite Nattex a quant à lui été peu étudié dans la littérature, il a donc fait l'objet d'une caractérisation plus approfondie.

Cette section est dédiée à la présentation des résultats collectés sur ces différents matériaux. Nous considérons un repère de directions principales (1,2,3), avec le plan (1,2) confondu avec le plan de la couche. La direction 1 correspond à la direction des fibres pour l'UD et à la direction de la chaîne pour les tissus.

## I.1 Acier

### I.1.1 Acier K41X

Une courbe typique contrainte-déformation d'un essai de traction réalisé sur l'acier K41X est présentée sur la Figure 3.1. Un comportement linéaire est observé dans le diagramme contrainte-déformation jusqu'à environ 0,1% de déformation. Cette zone est caractérisée par la déformation élastique du matériau. Elle est suivie par la zone de réponse plastique du matériau, après quoi vient la rupture.

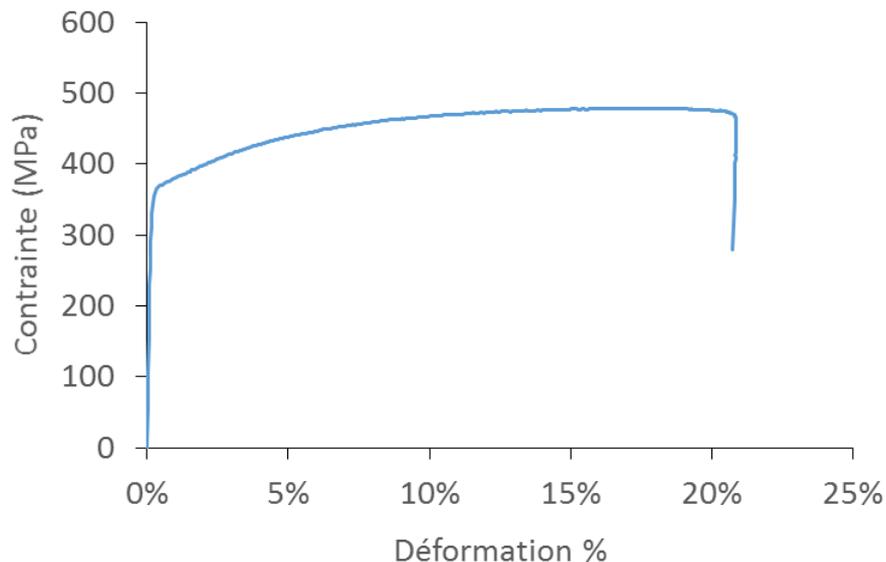


Figure 3.1 Courbe de traction sur l'acier K41X

Les propriétés élastiques de l'acier K41X sont regroupées dans le Tableau 3.1. Le module d'Young  $E$  obtenu au travers de l'essai de traction est déterminé à partir de la pente de la partie élastique de la courbe contrainte-déformation. Sa valeur est de 220,9 GPa. Cette valeur est similaire à celle indiquée dans la fiche technique. Le coefficient de Poisson  $\nu$  a été déterminé en calculant le rapport de la déformation transversale sur la déformation longitudinale. Il est

égal à 0,34. Etant donné qu'il s'agit d'un matériau isotrope, le module de cisaillement G est calculé par la relation (3.1).

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (3.1)$$

Matériau	E (MPa)	$\nu$	G (MPa)	Source
Acier K41X	220 000	0,34	82 100	Essai
	220 000	-	-	Fiche technique

Tableau 3.1 Paramètres élastiques de l'acier K41X

### I.1.2 Acier 1.4310

Etant donné que nous ne disposons pas d'acier 1.4310 en épaisseur suffisante pour réaliser un essai de traction normalisé, les propriétés élastiques considérées ont directement été relevées sur la fiche technique (Tableau 3.2). Le module d'Young E est de 177 GPa et le coefficient de Poisson  $\nu$  est de 0,29.

Matériau	E (MPa)	$\nu$	G (MPa)	Source
Acier 1.4310	177 000	0,29	68 600	Fiche technique

Tableau 3.2 Paramètres élastiques de l'acier 1.4310

## I.2 Composites

### I.2.1 Flaxpreg T-UD

Les propriétés élastiques considérées dans la suite de ce travail pour le Flaxpreg T-UD proviennent des travaux de Strohrmann et Hajek (Strohrmann & Hajek, 2019), et sont reportées dans le Tableau 3.3 ci-dessous. Nous soulignons néanmoins que les travaux de ces auteurs portent sur des matériaux fabriqués en autoclave sous un vide de 10% avec une pression supplémentaire de 2 bars, tandis que dans notre étude les matériaux sont fabriqués par thermocompression sous une pression de 3 bars. Par ailleurs la fraction volumique de fibres dans leur matériau est comprise entre 53 et 56%. Dans notre matériau la fraction volumique des fibres est d'environ 42% en considérant les données de la fiche technique du préimprégné.

<b>Matériau</b>	<b>E<sub>1</sub></b> (MPa)	<b>E<sub>2</sub></b> (MPa)	<b>v<sub>12</sub></b> (MPa)	<b>G<sub>12</sub></b> (MPa)	<b>G<sub>13</sub></b> (MPa)
<b>Flaxpreg T-UD</b>	32 000	2 210	0,37	1 380	1 380

Tableau 3.3 Paramètres élastiques du Flaxpreg T-UD

### I.2.2 Flaxply BL 300

Les paramètres élastiques considérés dans la suite dans le cas du Flaxply BL300 proviennent des résultats de la thèse de Pieuchot (Pieuchot, 2019), et sont synthétisés dans le Tableau 3.4 ci-dessous. Dans ces travaux, le matériau a été fabriqué avec la même technique que la nôtre à savoir la thermocompression et les fractions volumiques de fibres sont les mêmes (environ 43%) en considérant les données de la fiche technique du préimprégné.

<b>Matériau</b>	<b>E<sub>1</sub></b> (MPa)	<b>E<sub>2</sub></b> (MPa)	<b>v<sub>12</sub></b> (MPa)	<b>G<sub>12</sub></b> (MPa)	<b>G<sub>13</sub></b> (MPa)
<b>Flaxply BL 300</b>	6 100	9 500	0,02	1 000	-

Tableau 3.4 Paramètres élastiques du Flaxply BL 300

### I.2.1 Nattex

Des essais de traction dans les sens chaîne et trame ont été réalisés sur le composite Nattex. Pour chaque sens, au moins trois essais ont été effectués afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats. Etant donné la nature viscoélastique de la matrice, il est important de mentionner que ces essais ont tous été réalisés avec une vitesse de traction de 2 mm/min. La Figure 3.2 présente les courbes des essais de traction réalisés dans le sens chaîne. On note qu'elles sont composées de deux parties quasi-linéaires. La première partie va de l'origine jusqu'au « coude », ou point d'inflexion, et la deuxième va de ce point jusqu'à la rupture. On observe que dans la première partie linéaire, les courbes correspondant aux différents échantillons sont bien superposables, traduisant une relativement faible dispersion de la réponse dans cette partie initiale. La deuxième phase présente une plus forte dispersion. Le comportement bilinéaire des composites observé ici a également été relevé par d'autres auteurs. On peut notamment citer Assarar et al. et Bergès et al. (Assarar et al., 2011 ; Bergès et al., 2016) qui notent ce comportement dans le cas de composites UD, et Liang et al., Poilâne et al., et Shah et al. (Liang et al., 2011 ; Poilâne et al., 2014 ; Shah et al., 2012) qui font la même constatation dans le cas de composites tissés. La littérature montre d'ailleurs que les fibres végétales de lin seules présentent elles-mêmes ce type de réponse, et cela est attribué à un réarrangement des fibrilles de cellulose suivant l'axe de la fibre sous l'effet de la charge appliquée (Baley, 2002). D'après Poilâne et al. (Poilâne et al., 2014) le comportement non-linéaire du composite serait le résultat d'une réorientation collective des microfibrilles. Pour les composites à renfort tissé, cette non-

linéarité peut également provenir de mouvements de réorientation à des échelles supérieures (réorientation des fibres dans les fils et réduction de l'entrelacement entre les fils de chaîne et trame). Une part de cette non-linéarité est également certainement attribuable à des mécanismes d'endommagement. C'est particulièrement vrai pour la non-linéarité observée dans les derniers instants précédant la rupture.

Le module d'élasticité  $E_1$  dans le sens chaîne calculé dans la première partie de la courbe entre 0 et 0,1% est égal en moyenne à 9300 MPa. Les valeurs moyennes de contrainte à rupture et de déformation à rupture sont quant à elles égales à 83 MPa et 1,6%, respectivement. La valeur du coefficient de poisson  $\nu_{12}$  est de 0,09.

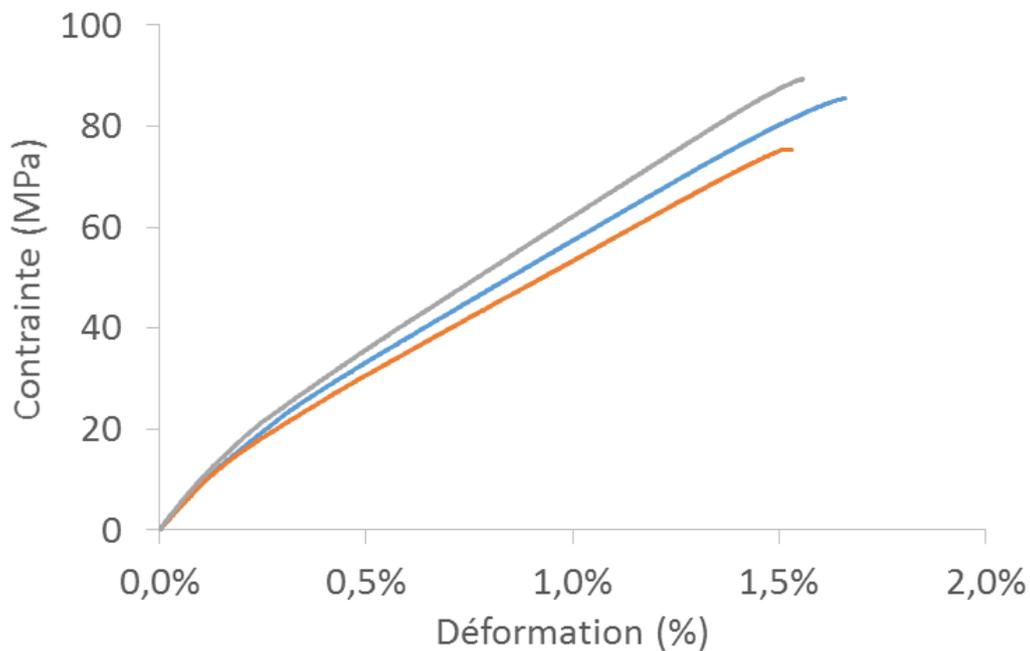


Figure 3.2 Courbes de traction sur le Nattex dans le sens chaîne

Les courbes des essais de traction réalisés dans le sens trame sont présentées sur la Figure 3.3. Un comportement bi-linéaire est également observé. La dispersion est très faible, même dans la deuxième partie de la courbe. Le point d'inflexion se situe au même niveau de déformation que pour les essais réalisés dans le sens chaîne. Les valeurs moyennes du module d'élasticité  $E_2$ , de la contrainte à rupture et de la déformation à rupture dans cette direction valent respectivement 11 100 MPa, 89 MPa et 1,3%.

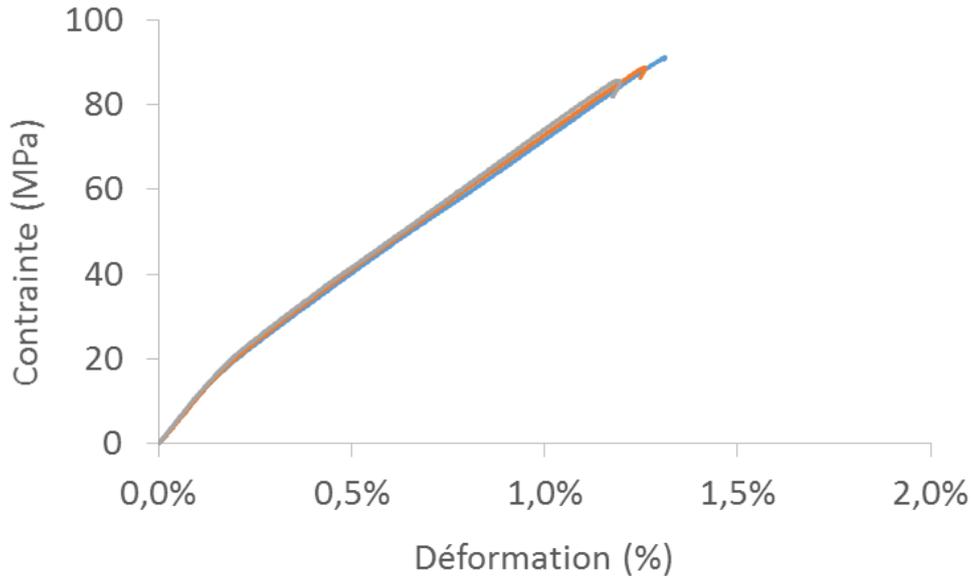


Figure 3.3 Courbes de traction sur le Nattex dans le sens trame

Le composite Nat testé n'est donc pas parfaitement équilibré. Le ratio d'anisotropie élastique chaîne/trame est égal à environ 0,84.

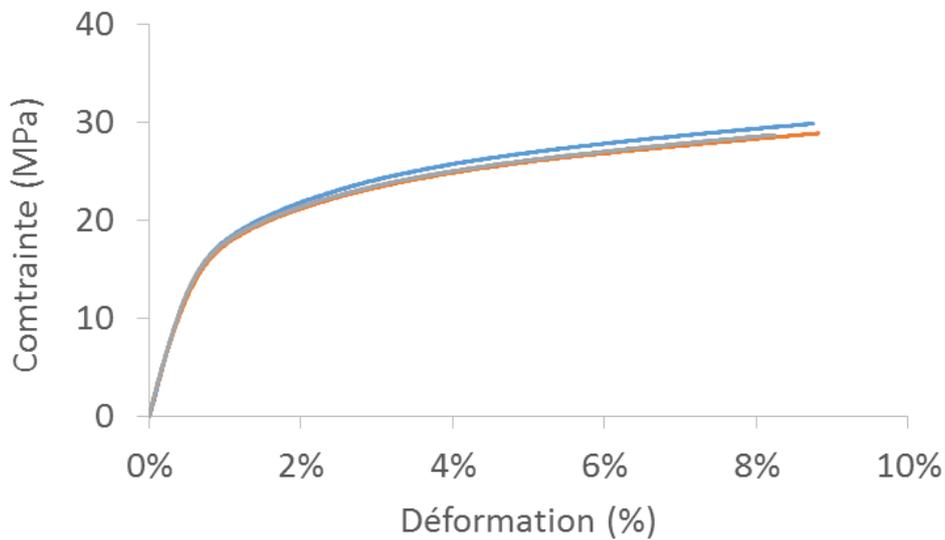


Figure 3.4 Courbes de traction à 45° sur le Nattex

La Figure 3.4 présente les courbes de traction réalisées sur des éprouvettes Nattex découpées à 45°. On note qu'elles comportent une partie linéaire correspondant à la déformation élastique du matériau. Cette partie s'étend de l'origine jusqu'à une déformation d'environ 0,4%. Elle est suivie d'un adoucissement de la courbe marquant le début de l'endommagement du matériau. On observe que les courbes sont bien superposées aussi bien dans la première partie que dans la deuxième partie.

D'une manière générale, l'ensemble des résultats obtenus sur ce matériau montre une bonne reproductibilité des essais et traduit la bonne maîtrise du procédé de fabrication du composite.

Les propriétés élastiques du Nattex identifiées au travers de ces essais dans les différentes directions matérielles sont regroupées dans le Tableau 3.5. Les modules  $E_1$ ,  $E_2$ , et  $E_{45}$  sont respectivement les modules dans le sens chaîne, dans le sens trame et dans la direction  $45^\circ$ . Ces modules ainsi que le coefficient de Poisson  $\nu_{12}$  ont été calculés entre 0 et 0,1%. Le module de cisaillement  $G_{12}$  a été déterminé à partir des modules  $E_{45}$ ,  $E_1$ ,  $E_2$  et de  $\nu_{12}$  suivant la relation (3.2).

$$\frac{1}{G_{12}} = \frac{4}{E_{45}} - \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} + 2 \frac{\nu_{12}}{E_1} \quad (3.2)$$

Matériau	$E_1$ (MPa)	$E_2$ (MPa)	$E_{45}$ (MPa)	$\nu_{12}$ (MPa)	$G_{12}$ (MPa)	$G_{13}$ (MPa)
Nattex	9 300	11 100	2 940	0,09	850	541

Tableau 3.5 Paramètres élastiques du Nattex

Le module  $G_{13}$  quant à lui a été déterminé au travers d'essais de flexion rapprochés détaillés dans la section III.1.4 du chapitre 2. Un récapitulatif des paramètres élastiques des différents constituants est donné dans le Tableau 3.6 et le Tableau 3.7.

Matériau	E (MPa)	$\nu$	G (MPa)
Acier 1.4310	177 000	0,29	68 600
Acier K41X	220 000	0,34	82 100

Tableau 3.6 Paramètres élastiques des aciers

Matériau	$E_1$ (MPa)	$E_2$ (MPa)	$G_{12}$ (MPa)	$G_{13}$ (MPa)	$\nu_{12}$
Flaxpreg T-UD	32 000	2 210	1 380	1 380	0,37
Flaxpreg BL 300	6 100	9 500	1 000	-	0,02
Nattex	9 300	11 100	850	541	0,09

Tableau 3.7 Paramètres élastiques des composites

	Essais
	Fiche technique
	(Strohrmann & Hajek, 2019)
	(Pieuchot, 2019)

La légende ci-dessus indique les sources des données contenues dans les Tableau 3.6 et Tableau 3.7.

## **II. Matériaux hybrides à composite à matrice thermodurcissable : influence de la stratification et de la méthode d'assemblage sur les propriétés mécaniques**

Cette section propose d'investiguer l'influence de la structuration des matériaux hybrides composites biosourcés/métal sur le comportement mécanique. Par définition, les matériaux hybrides sont des multimatériaux. Leur comportement mécanique est donc étroitement dépendant de leur structuration et de la méthode d'assemblage. Dans cette section nous étudierons tout d'abord l'effet de l'ajout d'un film adhésif aux interfaces composite biosourcé/métal. Ensuite nous nous intéresserons à l'influence de la séquence d'empilement de la partie composite de l'hybride et enfin nous étudierons l'influence de la répartition des couches de composite et d'acier dans l'épaisseur. L'étude est menée au travers d'essais quasi-statiques de flexion trois points et d'essais d'impact réalisés à différents niveaux d'énergie (10 J, 20 J et 50 J). Les propriétés sont évaluées en considérant le matériau homogène équivalent.

### **II.1 Influence de l'utilisation de films adhésifs sur les propriétés mécaniques de l'hybride**

Les résultats de flexion obtenus sur les hybrides UD-CS-2/1-0,2 (SF) (sans film) et UD-CS-2/1-0,2 (AF) (avec film) sont donnés sur la Figure 3.5. On peut tout d'abord noter la bonne reproductibilité des essais pour les deux types d'hybride testés. Sur la Figure 3.5 b, il est possible d'observer que les valeurs de module et de résistance en flexion sont quasiment identiques dans les deux cas, avec des valeurs moyennes situées aux environs de 60 GPa et 620 MPa. On note néanmoins une plus grande déformation du matériau avant la rupture en présence du film, environ 27% supérieure à celle du matériau sans adhésif. Une plus grande mobilité à l'interface est permise en présence du film sans pour autant assurer un plus grand transfert de charge puisque la contrainte à rupture reste du même ordre de grandeur avec ou sans film. Les faciès de rupture après flexion sont présentés sur la Figure 3.6. Ils permettent de constater que la rupture se fait sans flambage de la peau travaillant en compression, et ce dans les deux cas (avec ou sans film). L'irréversibilité partielle des déformations après déchargement traduit l'expression des déformations plastiques dans l'acier. Aucun délaminage à l'interface composite/métal n'a été observé sur les éprouvettes testées. Ceci montre que lorsque la matrice du composite biosourcé utilisé est une résine époxy, l'ajout d'un film ne semble pas nécessaire. Il représente effectivement un coût économique supplémentaire (lié au coût du film en lui-même et à sa mise en œuvre) sans gain significatif au niveau des performances en flexion quasi-statique du matériau hybride résultant.

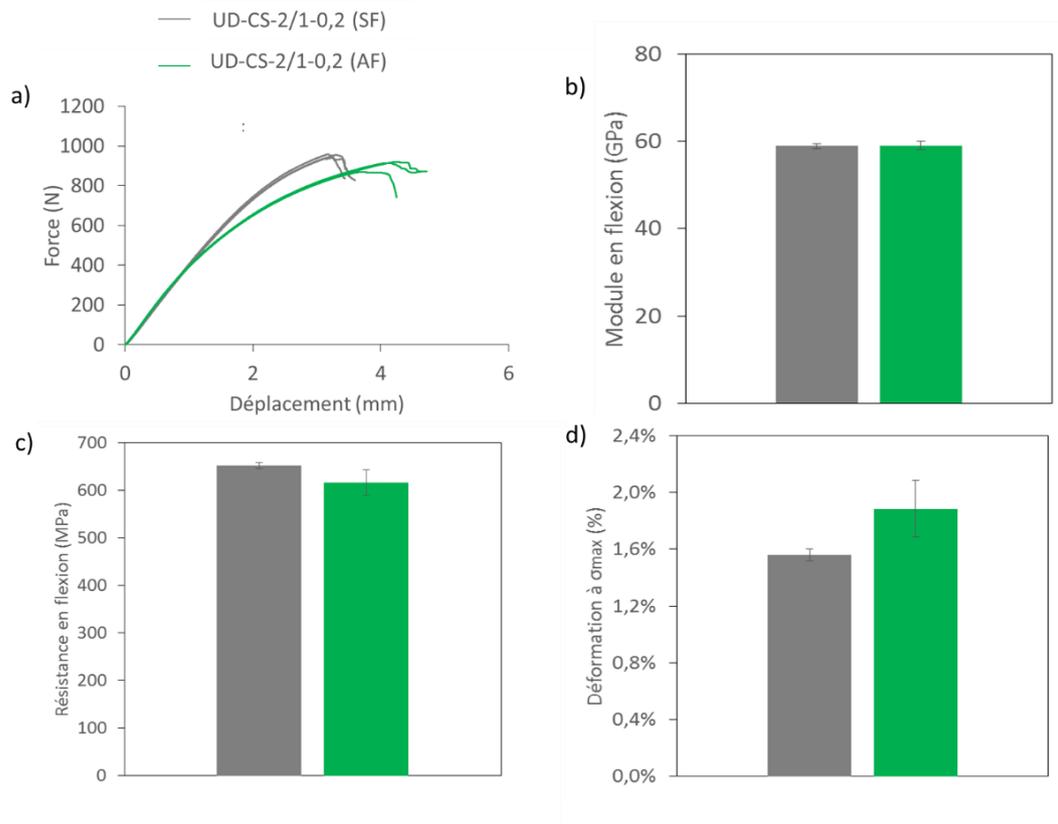


Figure 3.5 Comportement et propriétés en flexion des éprouvettes UD-CS-2/1-0,2 (SF) (sans film) et UD-CS-2/1-0,2 (AF) (avec film) : a) courbe force-déplacement, b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à  $\sigma_{max}$



Figure 3.6 Faciès de rupture des éprouvettes de flexion : a) UD-CS-2/1-0,2 (SF), b) UD-CS-2/1-0,2 (AF)

En considérant les résultats d'impact (Figure 3.7 a et b), on note également une très grande similitude des forces maximales d'impact et des courbes force-déplacement aux différentes énergies testées pour les deux configurations hybrides. Les forces maximales enregistrées se situent aux environs de 4000 N, 6000 N et 6000 N pour des énergies d'impact de 10, 20 et 50 J, respectivement, et ce pour les configurations avec et sans film.

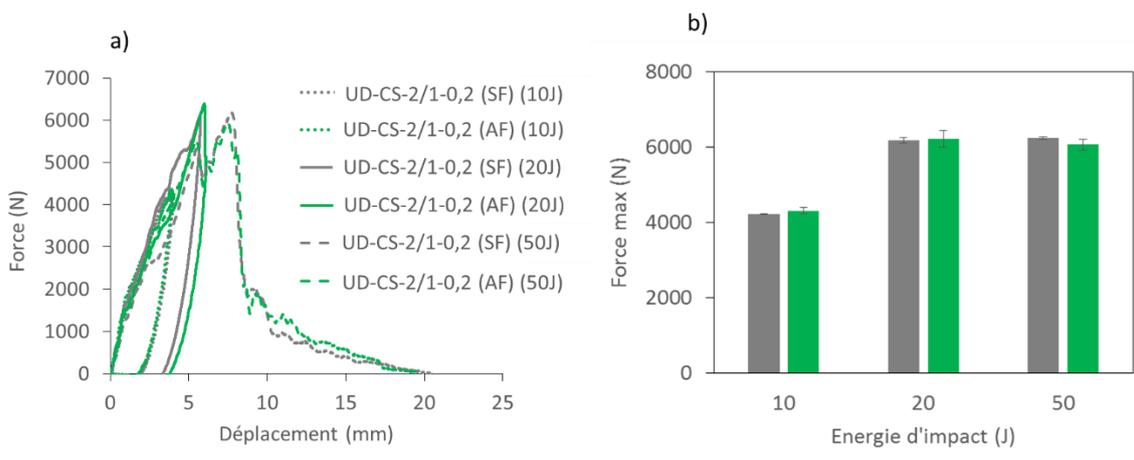


Figure 3.7 Comportement et propriétés à l'impact des éprouvettes hybrides UD-CS-2/1-0,2 (SF) (sans film) et UD-CS-2/1-0,2 (AF) (avec film) : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J

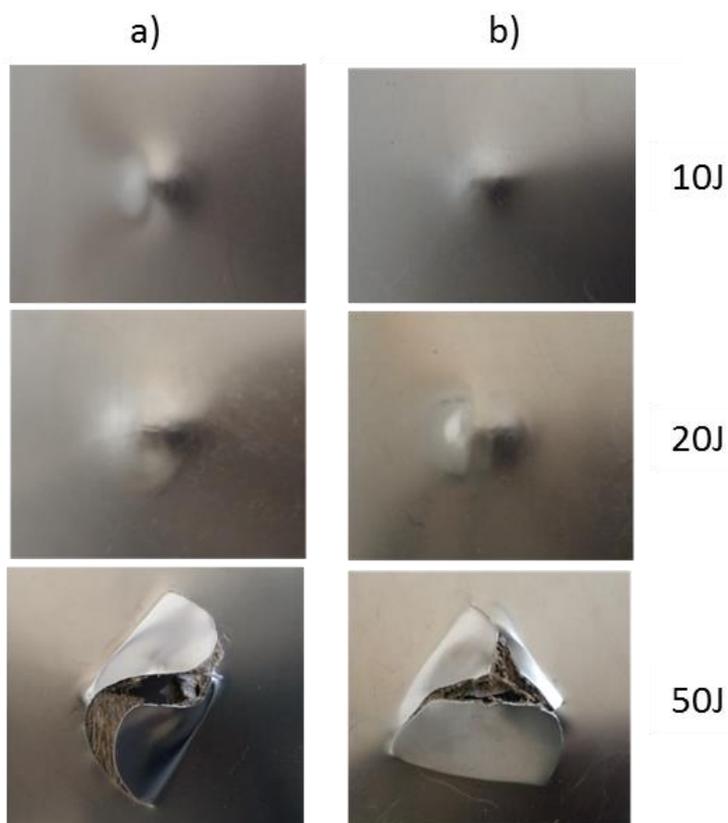


Figure 3.8 Faces inférieures après impact à 10, 20 et 50 J : a) hybride UD-CS-2/1-0,2 (SF), b) hybride UD-CS-2/1-0,2 (AF)

La Figure 3.8 ci-dessous présente les faces inférieures des hybrides UD-CS-2/1-0,2 (SF) et UD-CS-2/1-0,2 (AF) après impact aux différentes énergies. Pour les impacts à 10 et 20 J, on note

que la chute de la masse sur les éprouvettes des deux types d'hybride induit essentiellement une indentation en leur centre. En revanche, l'impact à 50 J conduit à une perforation de l'hybride marquée par la déchirure de la couche inférieure d'acier. Cette perforation s'accompagne de la rupture des fibres, et de fissurations de la matrice du composite. Aucune différence significative n'a été observée au niveau de ces faciès de rupture entre les deux catégories d'hybrides et pour les différentes énergies testées.

Ainsi, l'ajout d'un film adhésif dans notre cas n'apporte aucune réelle amélioration sur les propriétés en flexion et à l'impact de l'hybride. Ce résultat est en accord avec le constat de Li et al. (Li et al., 2016). En effet, dans cet article les auteurs soulignent que bien que l'ajout d'un adhésif permette d'améliorer l'interface composite/métal, il pourrait à partir d'un certain seuil conduire à la réduction locale de la fraction volumique des fibres et ainsi induire une réduction des propriétés mécaniques. Ainsi, l'ajout d'un film ne conduit pas automatiquement à l'amélioration des propriétés mécaniques.

## **II.2 Influence de la séquence d'empilement sur les propriétés de l'hybride**

Dans cette section, nous proposons cette fois-ci d'étudier l'influence de la stratification du composite sur le comportement en flexion et à l'impact de l'hybride. Des stratifications quasi-isotrope et croisée sont testées. Une configuration 2/1 est retenue pour cette étude comparative. La Figure 3.9 ci-dessous présente les résultats de flexion obtenus sur les hybrides UD-QI-2/1-0,2 (empilement quasi-isotrope) et UD-CS-2/1-0,2 (empilement croisé). Là encore, il est possible de noter une très faible dispersion entre les différentes éprouvettes testées au sein d'un même lot, témoignant de la bonne maîtrise des procédés de fabrications des hybrides (Figure 3.9 a). Les différences observées entre les deux configurations sont très faibles pour le module et la résistance en flexion. Ces résultats sont en adéquation avec les travaux de Carillo et Cantwell (Carrillo & Cantwell, 2009) qui, pour deux empilements différents, ont également obtenu des propriétés en flexion similaires. Comme souligné par Ostapiuk et Surowska (Ostapiuk & Surowska, 2018), il est évident que pour une configuration 2/1, les propriétés du composite représentent un facteur de second ordre comparativement à l'épaisseur des peaux métalliques et de leur écartement. La rigidité de l'hybride mesurée avec un empilement croisé du composite est de l'ordre de 11% inférieure à celle obtenue avec un empilement quasi-isotrope. La différence est de l'ordre de 8% sur la résistance. La déformation à rupture vaut 1,23% pour UD-CS-2/1-0,2 et 1,32% pour UD-QI-2/1-0,2. Ce résultat peut être attribué à la plus grande déformabilité du composite à empilement quasi-isotrope.

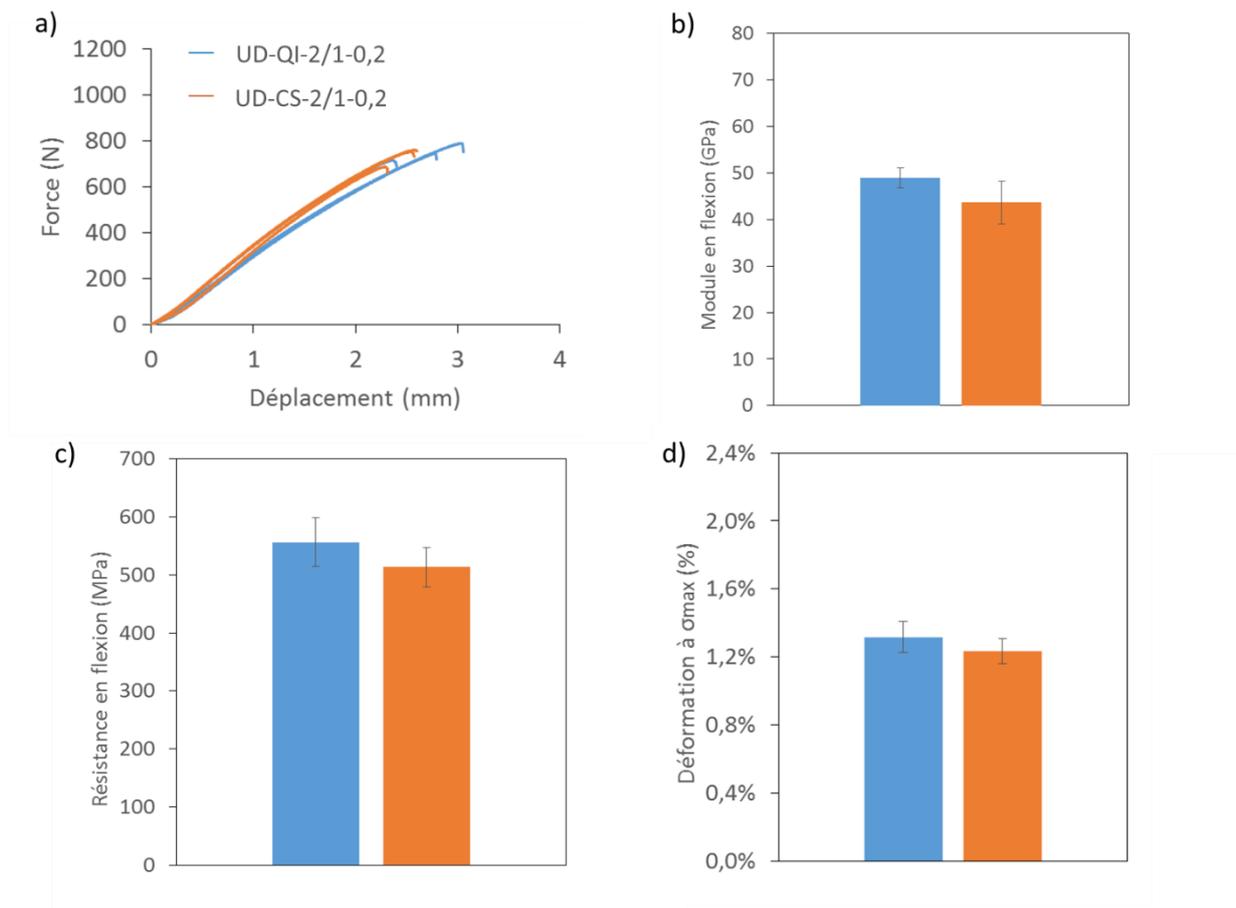


Figure 3.9 Comportement et propriétés en flexion des hybrides UD-QI-2/1-0,2 (empilement quasi-isotrope) et UD-CS-2/1-0,2 (empilement croisé) : a) courbes force –déplacement, b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à  $\sigma_{max}$

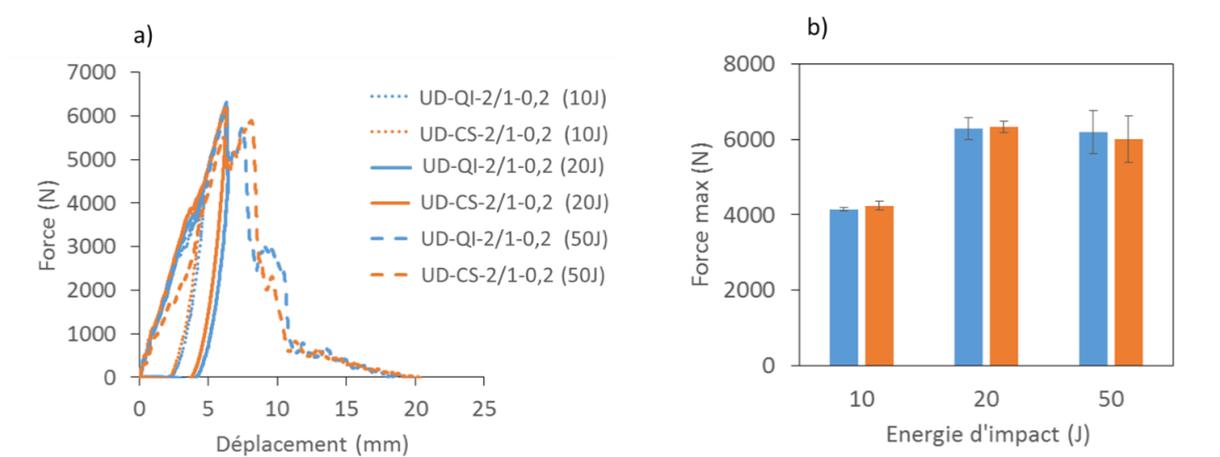


Figure 3.10 Comparaison des séquences d'empilement à l'impact : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J

Les résultats d'impact présentés en Figure 3.10 montrent également que pour chacune des trois énergies étudiées, les forces maximales d'impact sont similaires pour les deux hybrides considérés.

La Figure 3.11 ci-dessous présente les faces inférieures des hybrides UD-CS-2/1-0,2 et UD-QI-2/1-0,2 après impact aux différentes énergies. On note que pour les impacts réalisés à 10 et 20 J, la chute de la masse sur les deux types d'hybride entraîne une indentation en leur centre sans aucune perforation de l'acier. Dans le cas de l'impact à 50 J en revanche, on note clairement une perforation de l'acier, accompagnée de rupture de fibres, et de fissurations de la matrice du composite. A nouveau, aucune différence n'a été détectée au niveau des faciès de rupture entre les deux configurations hybrides testées.

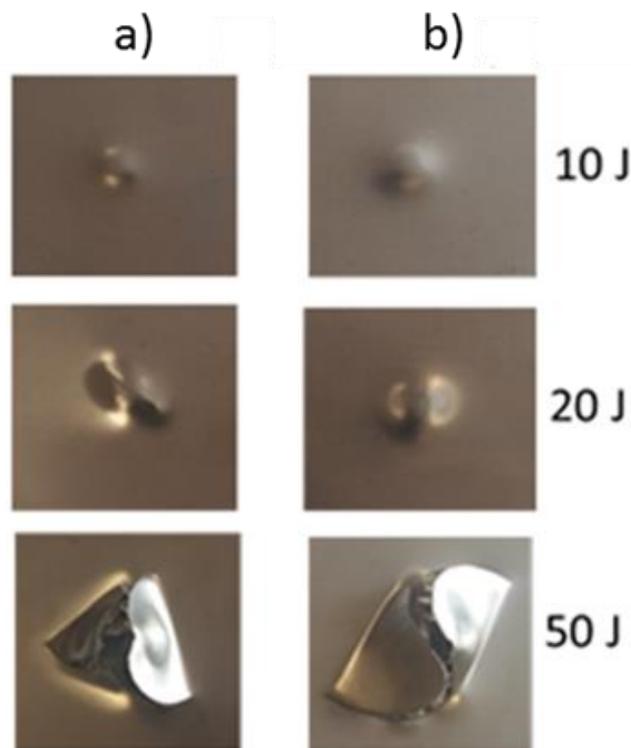


Figure 3.11 Surfaces inférieures après impact à 10, 20 et 50 J : a) hybride UD-QI-2/1-0,2, b) hybride UD-CS-2/1-0,2

Ainsi, en adoptant l'une ou l'autre séquence d'empilement du composite, on obtient des comportements similaires au niveau de l'hybride aussi bien en flexion qu'à l'impact. Comme attendu, la séquence d'empilement est un facteur de second ordre comparativement aux caractéristiques des couches d'acier en position externe.

### **II.3 Influence de la répartition des couches d'acier dans l'hybride sur ses propriétés mécaniques**

Cette étude a été réalisée sur des hybrides fabriqués à partir de deux types de composites : UD lin/époxy avec un empilement croisé d'une part, et tissé de lin/époxy d'autre part. Les résultats sont présentés successivement dans les paragraphes suivants.

#### **II.3.1 Cas des hybrides UD (UD-CS-2/1-0,3) et (UD-CS-3/2-0,2)**

La Figure 3.12 présente les résultats de flexion obtenus sur les matériaux UD-CS-2/1-0,3 (hybride UD configuration 2/1) et UD-CS-3/2-0,2 (hybride UD configuration 3/2). Nous rappelons que pour les deux configurations, les épaisseurs totales des hybrides sont similaires. L'allure des courbes force-déplacement est illustrée sur la Figure 3.12 a. Globalement, la forme des courbes est similaire pour les deux configurations avec une non-linéarité en pied de courbe correspondant à la mise en place de l'essai, suivie d'une phase quasi-linéaire avant d'aborder une inflexion précédant la rupture. Cette non-linéarité de comportement finale est attribuée à l'endommagement de la structure hybride. La Figure 3.12.b montre que le module en flexion pour la configuration 2/1 est largement supérieur à celui de la configuration 3/2, avec une différence d'environ 38%. En effet, bien que les deux configurations aient été réalisées avec les mêmes proportions d'acier, les couches de métal les plus externes dans la configuration 3/2 sont moins épaisses que celles de la configuration 2/1. L'épaisseur des deux structures hybrides étant similaire, la rigidité équivalente des peaux métalliques dans la configuration 2/1 est donc supérieure à celle dans la configuration 3/2. La couche centrale d'acier dans la configuration 3/2 étant sur la surface neutre, elle ne contribue donc pas à la rigidité de l'ensemble en flexion.

La configuration 3/2 conduit à une résistance légèrement plus élevée (environ 10%) que celle de la configuration 2/1 et à une déformation à rupture plus importante. On relève notamment des déformations à la rupture de 0,91% et 1,58% respectivement pour la configuration 2/1 et 3/2. En effet, lors de l'essai, la rupture se produit assez tôt dans le cas des hybrides de configuration 2/1 (Figure 3.13). Il est possible de constater sur la Figure 3.13 b que la rupture est causée par le délaminage à l'interface composite/métal. La Figure 3.14 montre que ce délaminage est absent dans le cas des hybrides à configuration 3/2 ayant des couches métalliques plus fines. Une explication à ce phénomène serait que, dans le cas de la configuration 2/1, le fait que les peaux métalliques soient plus épaisses (donc plus raides) conduit à une différence de raideur importante entre le composite et le métal et favorise ainsi le délaminage à l'interface composite/métal.

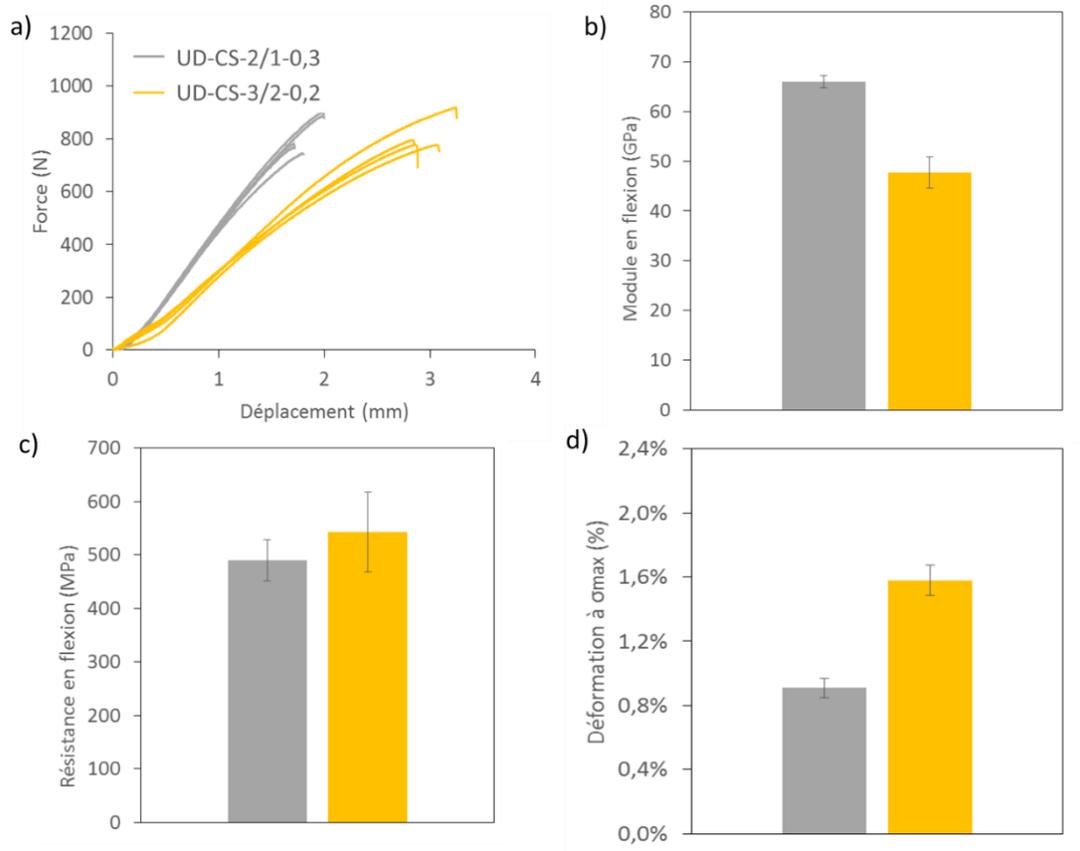


Figure 3.12 Comportement et propriétés en flexion des UD-CS-2/1-0,3 (hybride UD configuration 2/1) et UD-CS-3/2-0,2 (hybride UD configuration 3/2) : a) courbe force - déplacement b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à  $\sigma_{max}$



Figure 3.13 Rupture de l'hybride UD-CS-2/1-0,3 lors de l'essai de flexion : a) après la rupture, b) zone de rupture.

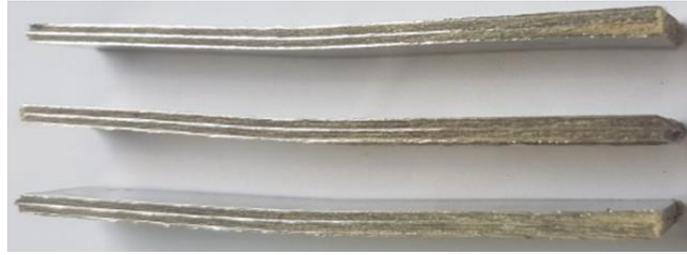


Figure 3.14 Faciès de rupture des éprouvettes de flexion UD-CS-3/2-0,2

Les résultats d'impact pour ces deux configurations sont présentés en Figure 3.15 a et b. Comparativement aux résultats présentés dans les sections précédentes, on note que la force maximale augmente avec l'énergie d'impact aussi bien pour l'hybride UD-CS-2/1-0,3 que pour l'hybride UD-CS-3/2-0,2. On note aussi que pour les énergies d'impact de 10 et 50 J, la force maximale est plus élevée avec la configuration 2/1. Les valeurs moyennes sont similaires pour 20 J. Cette tendance est également observée par Sharma et al. (Sharma et al., 2018).

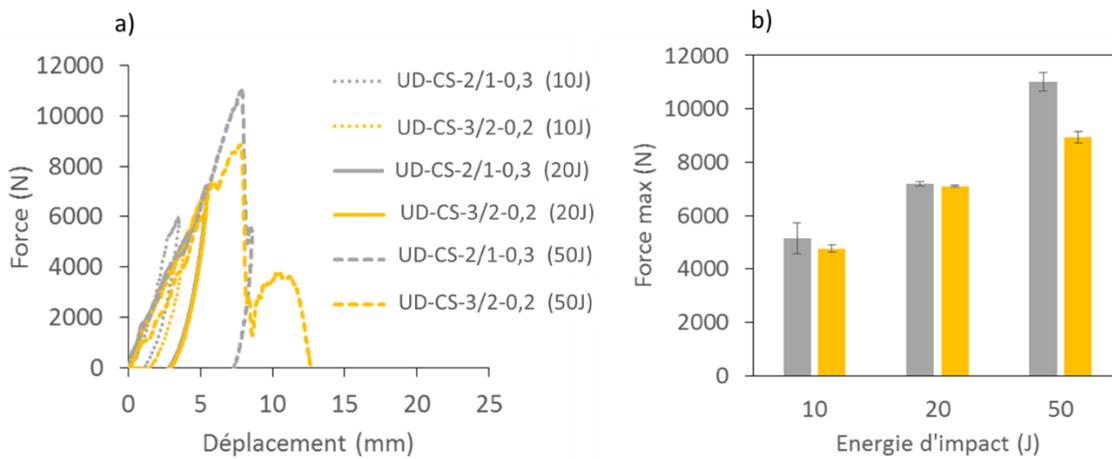


Figure 3.15 Comparaison des configurations UD à l'impact : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J

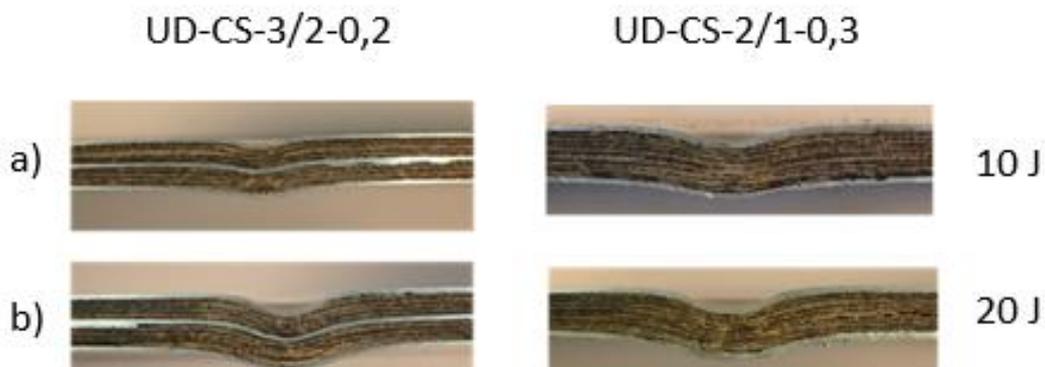


Figure 3.16 Faciès de rupture après impact : a) coupes de la zone impactée à 10 J, b) coupes de la zone impactée à 20 J

Sur la Figure 3.16 ci-dessus, on peut voir que l'impact sur l'hybride induit une indentation peu prononcée à 10 J (Figure 3.16 a) et plus prononcée à 20 J (Figure 3.16 b). Mais, dans chacun de ces cas, on n'a aucune rupture de l'acier. Aucun délaminage n'a été observé aux différentes interfaces composite/métal, preuve d'une bonne adhésion entre les deux constituants.

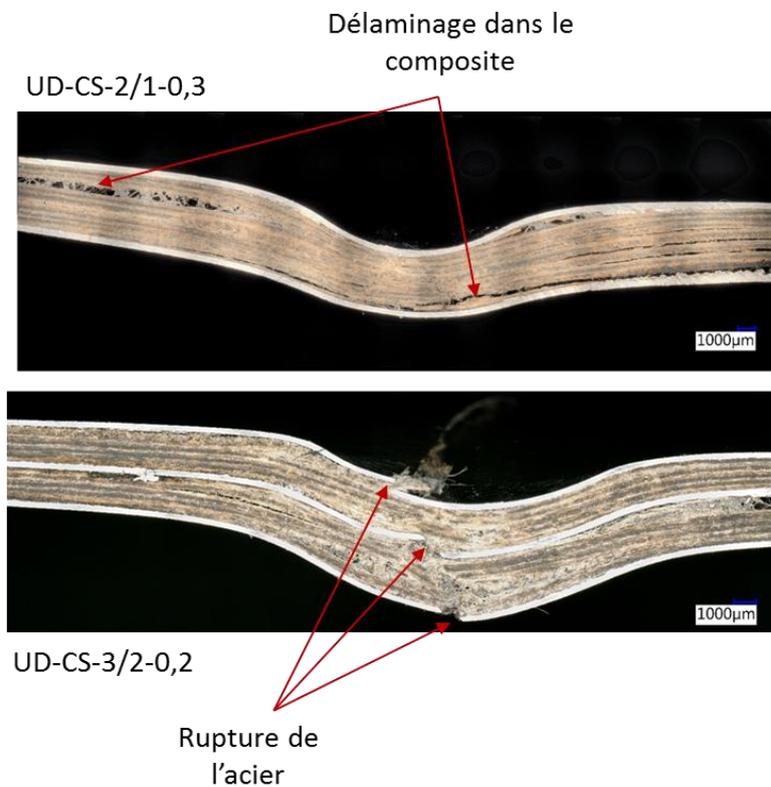


Figure 3.17 Coupes de la zone impactée après impact à 50 J des hybrides UD-CS-2/1-0,3 et UD-CS-3/2-0,2

La Figure 3.17 présente des images de coupes transversales des hybrides UD-CS-2/1-0,3 et UD-CS-3/2-0,2 pour des impacts à 50 J. Elle laisse apparaître le délaminage qui a lieu au sein du composite des hybrides UD-CS-2/1-0,3. On peut également observer qu'au sein de l'hybride UD-CS-3/2-0,2, les trois couches métalliques se rompent dans la zone impactée. L'impact induit ainsi un endommagement beaucoup moins important sur la configuration 2/1. Ceci permet de conclure que cette dernière assure une meilleure résistance à l'impact.

### II.3.2 Cas des hybrides tissu (T-CS-2/1-0,3 et T-CS-3/2-0,2)

Une étude a également été menée sur des hybrides fabriqués avec des composites stratifiés avec des tissés. La Figure 3.18 présente les résultats de flexion obtenus sur les matériaux T-CS-2/1-0,3 (hybride tissu configuration 2/1) et T-CS-3/2-0,2 (hybride tissu configuration 3/2). Comme dans le cas de l'étude précédente, pour les deux configurations, les épaisseurs totales des hybrides sont similaires. Sur la Figure 3.18 b, on peut noter que le module en flexion pour la

configuration 2/1 est supérieur à celui de la configuration 3/1, avec une différence d'environ 37%. On remarque que cette différence est du même ordre de grandeur que celle obtenue ci-dessus avec les hybrides UD. On note en revanche au niveau des résistances en flexion une différence de 44% soit une valeur de 826 MPa et 572 MPa respectivement pour les matériaux T-CS-2/1-0,3 et T-CS-3/2-0,2.

Les résultats d'impact sur les différents hybrides T-CS-2/1-0,3 et T-CS-3/2-0,2 sont présentés sur la Figure 3.19. Tout comme dans le cas des hybrides UD, la force maximale augmente avec l'énergie d'impact aussi bien pour la configuration 2/1 que pour la configuration 3/2. On note aussi que pour chaque énergie d'impact, les forces maximales sont similaires pour les deux configurations.

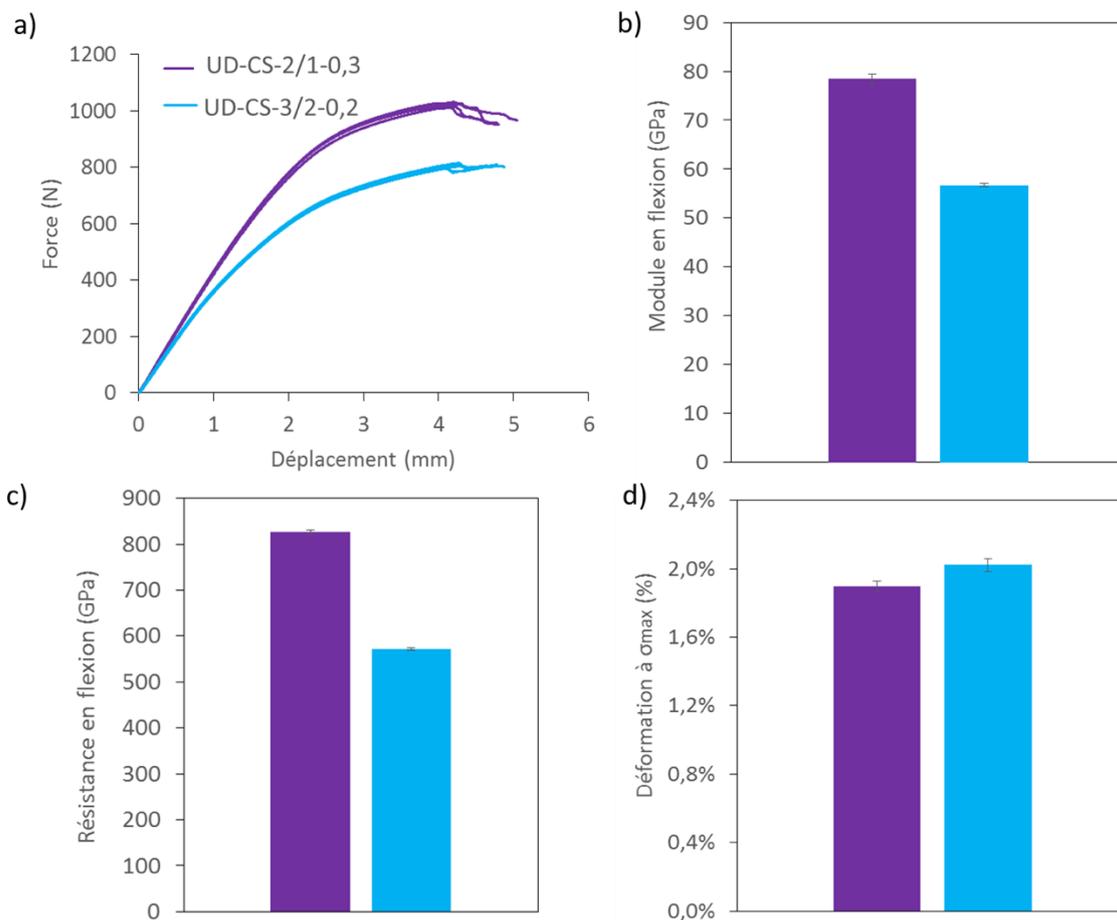


Figure 3.18 Comportement et propriétés en flexion des hybrides T-CS-2/1-0,3 (hybride tissu configuration 2/1) et T-CS-3/2-0,2 (hybride tissu configuration 3/2) : a) courbes force - déplacement b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à  $\sigma_{max}$

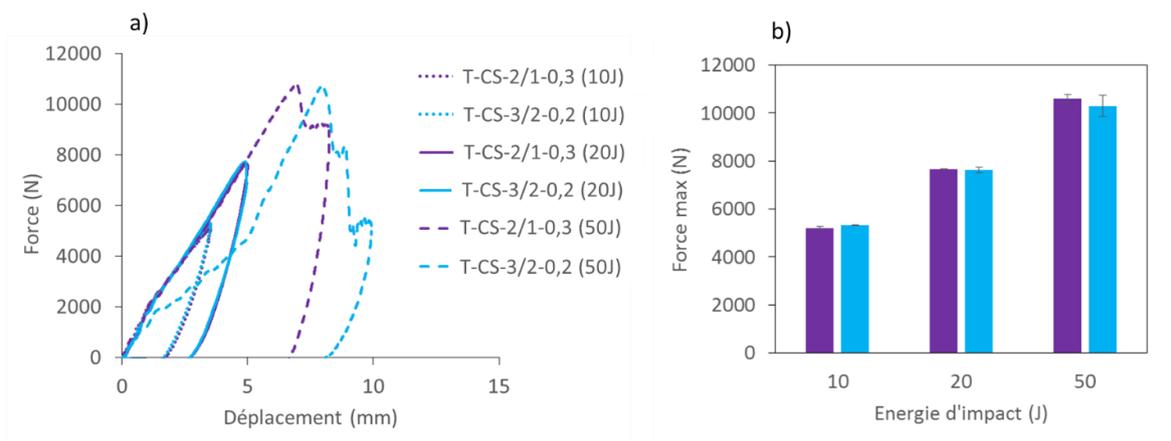


Figure 3.19 Comparaison des configurations tissu à l'impact : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J

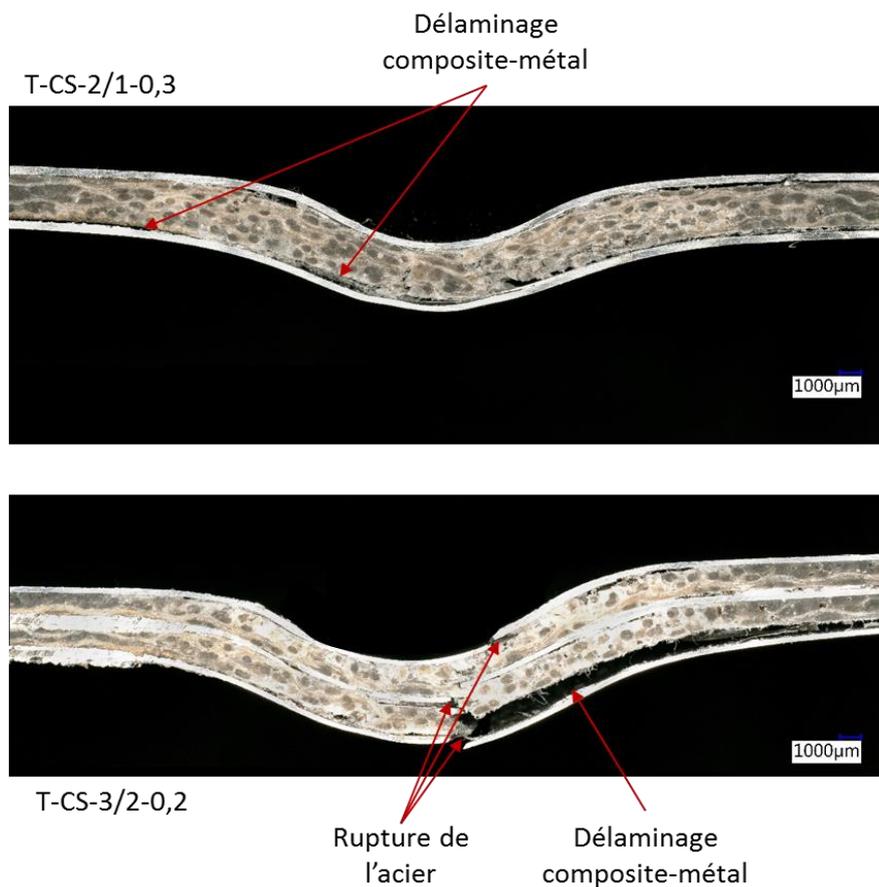


Figure 3.20 Coupes de la zone impactée après impact à 50 J des hybrides T-CS-2/1-0,3 et T-CS-3/2-0,2

La Figure 3.20 présente quelques images de coupes transversales des hybrides T-CS-2/1-0,3 et T-CS-3/2-0,2. L'un des mécanismes d'endommagement commun aux deux types d'hybrides qu'on peut relever est le délaminage composite/métal. Il est cependant beaucoup plus prononcé dans le cas de l'hybride T-CS-3/2-0,2. On peut ensuite observer qu'au sein de l'hybride T-CS-

3/2-0,2, les trois couches métalliques se rompent dans la zone impactée tout comme c'était le cas pour les hybrides UD-CS-3/2-0,2. Cette déchirure du métal est donc essentiellement présente dans les configurations 3/2. Ceci s'explique par le fait que dans cette configuration, les différentes couches métalliques sont plus fines (0,2 mm d'épaisseur) que celles présentes dans les configurations 2/1 (0,3 mm d'épaisseur).

Aussi bien dans le cas des solutions hybrides UD que dans celui des solutions hybrides tissu étudiées ici, la configuration 2/1 conduit à un module en flexion plus élevé et à un faible endommagement après impact comparé à la configuration 3/2.

#### II.4 Confrontation des résultats expérimentaux aux valeurs théoriques

Dans cette section, nous proposons de comparer les résultats expérimentaux obtenus pour les structures hybrides à matrice therm durcissable aux résultats théoriques calculés en utilisant la théorie des stratifiés et la théorie des sandwichs. Ces deux approches analytiques ont été présentées dans le chapitre précédent.

Les raideurs de flexion mesurées expérimentalement ont été comparées aux raideurs théoriques. Nous notons que dans le cas de l'hybride UD-CS-3/2-0,2, le résultat expérimental n'a été comparé qu'au résultat de la théorie des stratifiés. En effet, cet hybride possède trois couches d'acier dont une est située au niveau de l'âme, ce qui rend l'utilisation de l'approche sandwich non pertinente dans ce cas. Dans la littérature McDonnell et Sadeghian (Macdonnell & Sadeghian, 2020) proposent une méthode analytique pour ce type de configuration. Cependant elle requiert des valeurs issues d'essais supplémentaires qui n'ont pas pu être réalisés.

Pour effectuer les comparaisons nous avons considéré quatre différents types d'hybrides dont les stratifications sont rappelées dans le Tableau 3.8 ci-dessous. Leurs courbes force-déplacement typiques obtenues expérimentalement sont présentées sur la Figure 3.21. Pour chaque éprouvette testée expérimentalement, un calcul théorique a été réalisé. Effectivement, les épaisseurs variant légèrement d'une éprouvette à l'autre, il est apparu pertinent d'intégrer les caractéristiques dimensionnelles de chaque éprouvette pour chaque calcul. Cela permet de prendre en compte la dispersion induite par ces aspects dimensionnels dans les calculs théoriques.

Hybrides	Stratifications
UD-CS-2/1-0,2 (SF)	[Acier 1/(0°/90°)4]s
UD-QI-2/1-0,2	[Acier 1/(0°/45°/90°/-45°)2]s
UD-CS-2/1-0,3	[Acier 1/(90°/0°)4]s
UD-CS-3/2-0,2	[Acier 1/(90°/0°)2/(0°/90°)2/Acier 1/(90°/0°)2/(0°/90°)2 /Acier 1]

Tableau 3.8 Stratification des hybrides utilisés pour la confrontation des résultats expérimentaux aux résultats théoriques

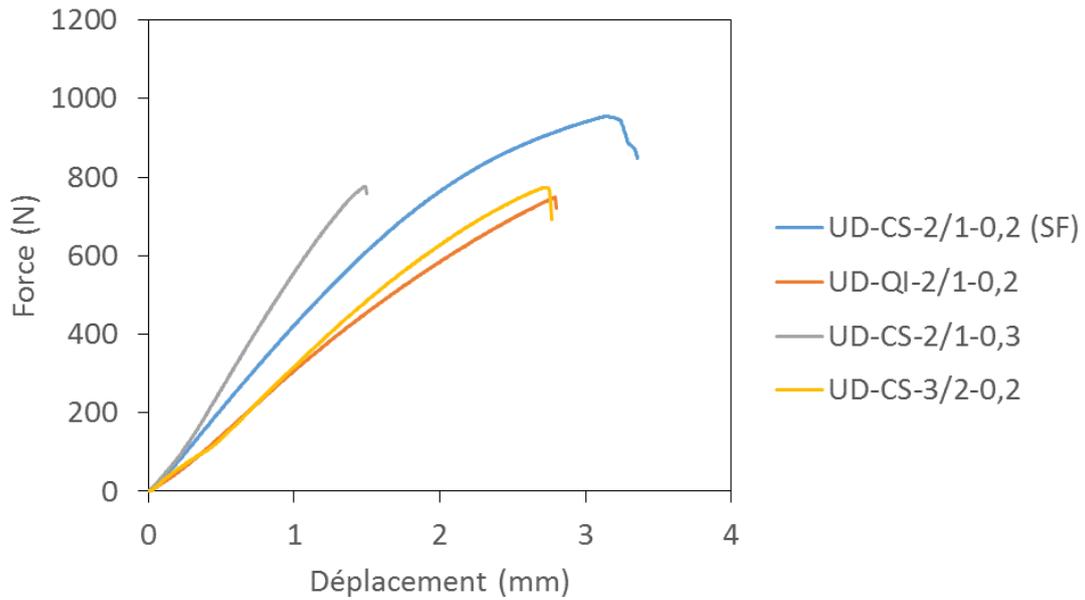


Figure 3.21 Courbes force-déplacement des hybrides utilisés pour la confrontation des résultats expérimentaux aux résultats théoriques

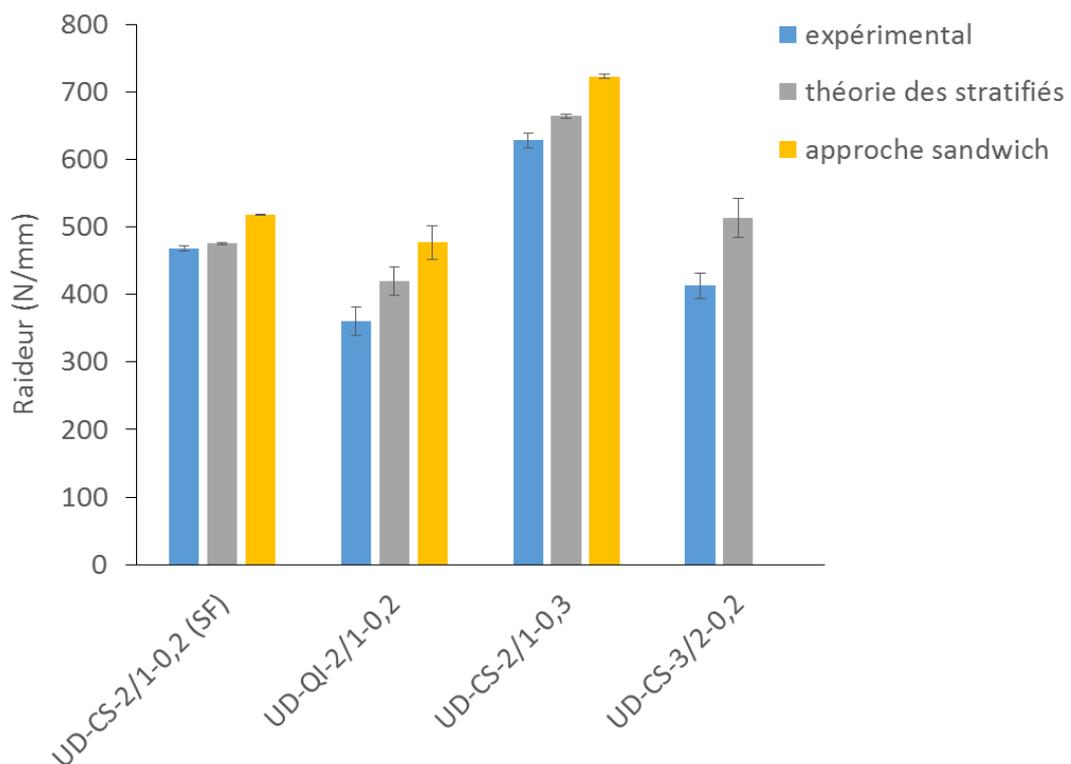


Figure 3.22 Comparaison de la raideur expérimentale avec les raideurs théoriques des hybrides fabriqués à partir de composite lin-époxy

La Figure 3.22 permet de confronter rapidement l'ensemble des résultats expérimentaux aux valeurs théoriques. Bien que les deux théories conduisent à des valeurs du même ordre de grandeur, il apparaît que la raideur estimée par la théorie des stratifiés est systématiquement

plus faible qu'avec la théorie des sandwichs. On constate notamment une différence de 8%, 11% et 7% respectivement pour les hybrides UD-CS-2/1-0,2 (SF), UD-QI-2/1-0,2 et UD-CS-2/1-0,3. Il est également possible d'observer que la valeur mesurée expérimentalement est systématiquement plus faible que la prédiction obtenue avec la théorie des stratifiés. Les écarts sont de 1,5%, 22%, 21% et 27% respectivement pour les hybrides UD-CS-2/1-0,2 (SF), UD-QI-2/1-0,2, UD-CS-2/1-0,3 et UD-CS-3/2-0,2.

Ces écarts peuvent s'expliquer par les hypothèses formulées dans les approches théoriques et dans l'exploitation des résultats expérimentaux :

- **les interfaces entre les plis sont considérées parfaites**

Dans la réalité, il existe des imperfections entre les différents plis. Celles-ci conduisent à observer généralement des déflexions supplémentaires sous charge dues à une mobilité accrue à l'interface.

- **le comportement élastique des constituants est considéré linéaire**

C'est une hypothèse assez forte considérant que les matériaux composites utilisés présentent généralement un comportement non-linéaire, même pour les niveaux de déformation assez faibles. Ceci a été montré au début de ce chapitre lors de la caractérisation sur composite seul.

- **incertitude/méconnaissance des paramètres élastiques et géométriques**

Certains paramètres des lois de comportement des constituants sont difficiles à déterminer expérimentalement. De plus, certaines propriétés élastiques ont été relevées dans des travaux de la littérature dont les conditions de fabrication des matériaux n'étaient pas identiques à celles de notre étude.

- **correction de raideur de bâti et non-linéarité en pied de courbe**

Du point de vue expérimental, il est bien connu que la flèche mesurée lors d'une sollicitation en flexion trois points est généralement sur-estimée. Elle intègre effectivement, en plus de la déformation propre de l'éprouvette, le déplacement lié à la déformation du bâti et la possible indentation de l'éprouvette sous le point d'appui.

L'ensemble de ces éléments conduisent donc à une valeur théorique sur-estimant la raideur de l'éprouvette en flexion. Ce type d'approche théorique n'en demeure pas moins intéressant et pertinent dans le cadre de cette étude dans le sens où elle permet de prédire l'ordre de grandeur des propriétés mesurées et permet surtout une étude comparative assez fine. C'est un élément de comparaison puissant puisqu'une des difficultés avec ces matériaux multi-couches est de comparer des éprouvettes avec des épaisseurs différentes. Nous avons opté dans cette étude pour une analyse fondée sur un matériau homogène équivalent. La comparaison entre des valeurs expérimentales n'a de sens que si les matériaux comparés présentent une épaisseur identique. L'outil théorique nous permettra un travail exploratoire et comparatif plus large.

### **III. Matériau hybride à matrice thermoplastique : comportement et propriétés en flexion et à l'impact**

Suite à la vaste campagne d'essais réalisée sur les hybrides fabriqués avec des composites à matrice thermodurcissable, une étude similaire a été menée sur des composites à matrice thermoplastique. Compte tenu des résultats obtenus précédemment, une seule configuration représentative a été retenue pour l'étude. Il s'agit de la configuration 2/1, avec utilisation d'un film d'adhésif entre les couches d'acier K41X de 0,2 mm et le Nattex. L'utilisation de ce film d'adhésif s'est avérée nécessaire, l'affinité entre les polyoléfines et les métaux n'étant pas suffisante pour assurer leur bonne adhésion.

Cette section présente ainsi, dans un premier temps, les résultats obtenus en flexion et à l'impact à 20 J des hybrides à résine thermoplastique Nat-CS-2/1-0,2 (hybride Nattex). Les propriétés de rigidité mesurées expérimentalement en flexion sont ensuite comparées aux valeurs théoriques calculées à l'aide des théories des stratifiés et sandwichs.

#### **III.1 Caractérisation expérimentale**

La Figure 3.23 présente les courbes contrainte-déformation en flexion obtenues sur cinq éprouvettes de l'hybride Nat-CS-2/1-0,2. Sur chacune de ces courbes on peut noter trois principales zones. Une première zone linéaire comprise dans la même plage de déformation pour les différentes éprouvettes testées, soit entre 0 et 0,25% environ. La fin de cette zone est marquée par un point d'inflexion à partir duquel la rigidité apparente diminue progressivement. La troisième zone est marquée par une chute assez brutale de la rigidité traduisant la rupture de l'éprouvette. Une bonne reproductibilité des essais peut être observée. Seul le niveau de déformation marquant l'amorce de la rupture (phase 3) varie sensiblement d'une éprouvette à l'autre. La première phase est attribuée à la réponse élastique du matériau, la deuxième phase à l'apparition de phénomènes irréversibles dans les constituants (plasticité dans les couches métalliques et éventuellement plasticité/endommagement dans les couches composites). En évaluant la contrainte dans les couches métalliques au point d'inflexion à l'aide de la théorie des stratifiés, on obtient une valeur de 274 MPa. Etant donné que la limite d'élasticité du métal est de 310 MPa, ceci confirme bien que le métal se plastifie en phase 2. La troisième phase est liée à des mécanismes d'endommagement aux interfaces composite/métal.

Les propriétés mesurées à partir de ces essais de flexion sur l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 sont reportées dans le Tableau 3.9. Le module en flexion, la résistance en flexion et la déformation à la contrainte maximale sont de 48 GPa, 224 MPa et 2,5% respectivement et les écart-types sont de 1,7 GPa, 8,7 MPa et 0,4% respectivement.

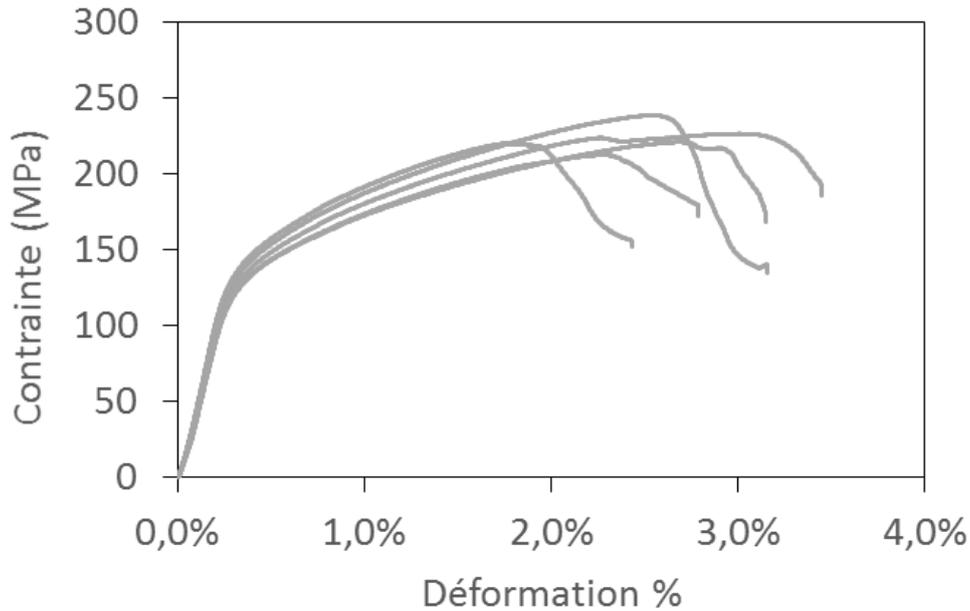
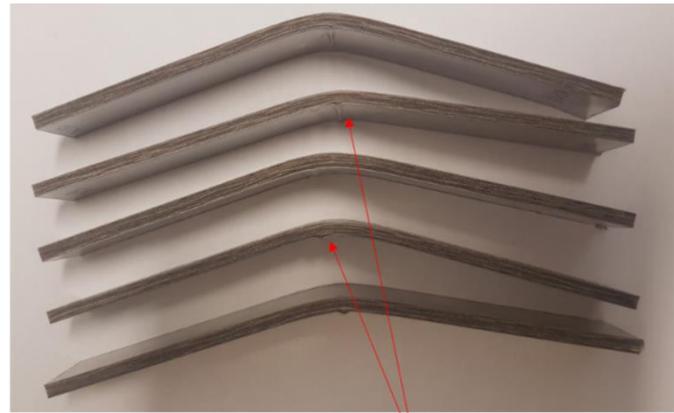
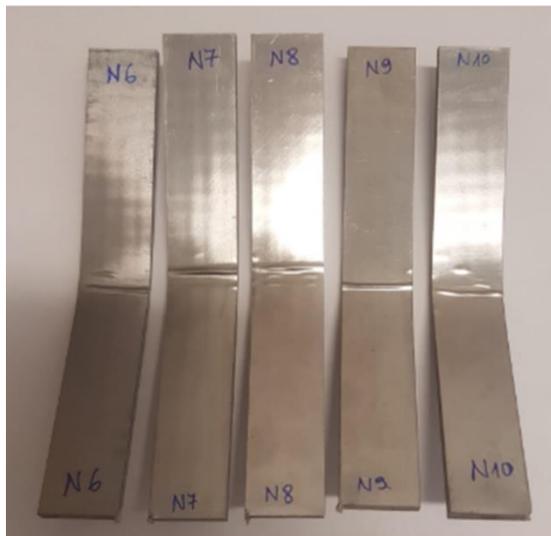


Figure 3.23 Courbes contrainte-déformation en flexion du Nat-CS-2/1-0,2

	<b>Module en flexion (GPa)</b>	<b>Résistance en flexion <math>\sigma_{\max}</math> (MPa)</b>	<b>Déformation à <math>\sigma_{\max}</math> (%)</b>
<b>Nat-CS-2/1-0,2</b>	48 ( $\pm 1,7$ )	224 ( $\pm 8,7$ )	2,5 ( $\pm 0,4$ )

Tableau 3.9 Propriétés en flexion des hybrides Nat-CS-2/1-0,2

La Figure 3.24 présente les faciès de rupture après flexion de l'hybride Nat-CS-2/1-0,2. Il convient ici de préciser que la rupture est définie comme le point à partir duquel la rigidité apparente de l'éprouvette testée chute brutalement sous un incrément de charge. Effectivement, pour ces structures hybrides, il n'est jamais observé de séparation de l'éprouvette en plusieurs morceaux. Sur ces observations, il est possible de voir que l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 présente des niveaux de déformation irréversible marqués. Ceci traduit le fait que durant l'essai, les parties composites et métalliques du Nat-CS-2/1-0,2 ont toutes deux été déformées de manière irréversible. En plus des déformations plastiques, il est possible de voir sur la Figure 3.24 que la couche de métal travaillant en compression présente du flambement local. Dans ces zones, on remarque également que la couche métallique n'est pas décollée du composite et qu'elle entraîne avec elle le composite. Ceci traduit une bonne qualité d'adhésion à l'interface composite/métal.



Léger flambage du métal sans délaminage

Figure 3.24 Faciès de rupture après flexion du Nat-CS-2/1-0,2

La Figure 3.25 présente les courbes force-déplacement d'essais d'impact réalisés sur trois éprouvettes de ce matériau hybride. On note également ici une bonne répétabilité des essais. La valeur moyenne de la force maximale d'impact obtenue est de 5 325 N, et l'écart type sur cette valeur est de 148 N.

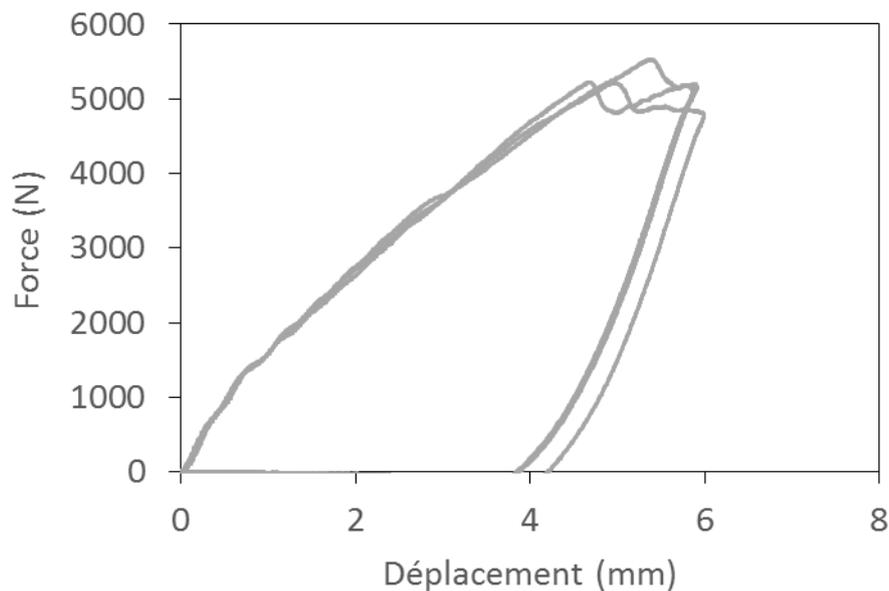


Figure 3.25 Courbes force-déplacement à l'impact du Nat-CS-2/1-0,2

La Figure 3.26 présente les éprouvettes d'hybrides Nat-CS-2/1-0,2 après impact à 20 J. On peut noter que l'impact n'entraîne aucune perforation du matériau. En revanche, des fissures sont visibles sur le dôme formé par l'impacteur.



Figure 3.26 Eprouvettes d'hybrides Nat-CS-2/1-0,2 après impact

Les essais de flexion réalisés sur les hybrides Nat-CS-2/1-0,2 ont révélé une bonne qualité d'adhésion à l'interface composite/métal. Les essais d'impact quant à eux ont montré que pour des impacts à 20 J, le matériau est fissuré, mais sans toutefois subir de perforation.

### III.2 Confrontation des résultats expérimentaux et des prévisions théoriques

Les raideurs de flexion mesurées expérimentalement sur les structures hybrides à matrice thermoplastique ont été confrontées aux valeurs théoriques calculées en utilisant la théorie des stratifiés et la théorie des sandwichs. Les résultats présentés dans la Figure 3.27 montrent la bonne corrélation entre les données expérimentales et les valeurs théoriques.

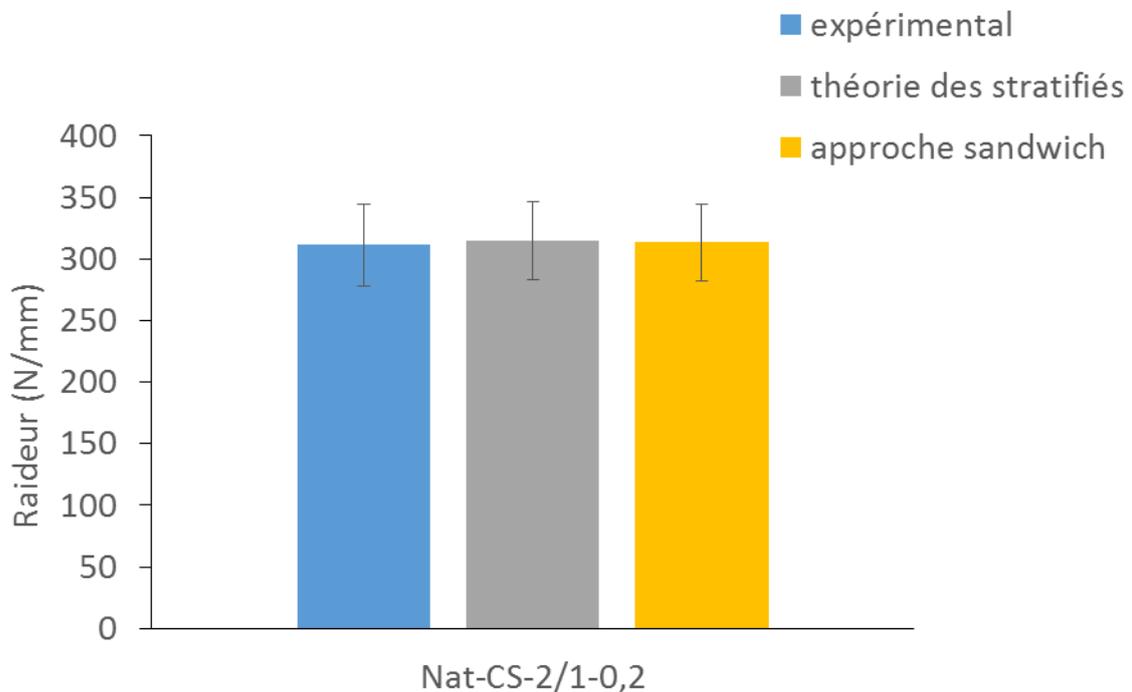


Figure 3.27 Comparaison de la raideur en flexion expérimentale avec les raideurs théoriques dans le cas de l'hybride Nat-CS-2/1-0,2

Cette bonne corrélation entre les données expérimentales et les valeurs théoriques peut s'expliquer d'une part par la meilleure connaissance des paramètres élastiques des constituants de ces hybrides, étant donné que nous les avons nous-même mesurés au travers d'essais mécaniques. D'autre part, la non-linéarité en pied de courbe, très marquée dans le cas des hybrides thermodurcissables, est ici presque inexistante.

Par ailleurs la rigidité en flexion de l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 a été comparée à la valeur obtenue à partir de la théorie des stratifiés. Les valeurs expérimentales  $D$  et théorique  $D_{11}$  ont été obtenues respectivement à partir des équations (2.3) et (2.22), et leurs unités sont respectivement  $N.mm^2$  et  $N.mm$ . La valeur expérimentale a ainsi été divisée par la largeur  $b$  ( $b=25$  mm) de l'éprouvette afin de rendre les deux valeurs comparables. On obtient respectivement une valeur de 301 000  $N.mm$  et de 350 000  $N.mm$  à partir des calculs expérimentaux et théoriques, soit une différence de 14%. Ce résultat montre encore que la théorie des stratifiés permet de prédire de manière satisfaisante les propriétés de ces matériaux.

#### IV. Analyse de sensibilité paramétrique

Compte tenu des écarts différents obtenus entre résultats expérimentaux et théoriques pour les deux familles d'hybrides, il est apparu pertinent d'analyser la sensibilité de la réponse de chacun d'entre eux aux paramètres d'entrée. Afin de quantifier l'influence de chaque paramètre sur les résultats obtenus à partir de la théorie des stratifiés et des sandwichs, une étude de sensibilité a été menée à l'aide de deux méthodes usuelles : (i) la méthode de Morris et (ii) la méthode de Sobol. Ces deux méthodes sont décrites dans la section IV.2 du chapitre 2. Étant donné que les résultats obtenus avec les deux théories n'étaient pas très différents, nous avons considéré l'une des théories seulement pour effectuer les analyses. Il s'agit ici de la théorie des sandwichs. Dans les analyses de sensibilité réalisées, nous traitons séparément le cas des matériaux hybrides à matrice thermodurcissable et le cas des matériaux hybrides à matrice thermoplastique car les valeurs nominales et la variabilité des paramètres d'entrée ne sont pas toujours les mêmes pour les deux types de matériaux. Dans cette section, les résultats de ces analyses sont présentés.

Nous rappelons ci-dessous les équations de la théorie des sandwichs. Les relations (3.3), (3.4) et (3.5) donnent les expressions respectivement de la flèche  $\delta$ , de la rigidité en flexion équivalente  $(EI)_{eq}$  et de la rigidité équivalente en cisaillement  $(AG)_{eq}$ .

$$\delta = \frac{PL^3}{48(EI)_{eq}} + \frac{PL}{4(AG)_{eq}} \quad (3.3)$$

$$(EI)_{eq} = \frac{E_f b t d^2}{2} + \frac{E_f b t^3}{6} + \frac{E_c b c^3}{12} \quad (3.4)$$

$$(AG)_{eq} = \frac{b d^2 G_c}{c} \quad (3.5)$$

- P et L sont respectivement la charge et l'écartement des rouleaux,
- $E_f$  et t sont respectivement le module et l'épaisseur du matériau constituant les peaux,
- $E_c$ , c et  $G_c$  sont respectivement le module d'Young, l'épaisseur et le module de cisaillement du matériau constituant l'âme,
- b et  $d=c+t$  sont respectivement la largeur de l'éprouvette et la somme de l'épaisseur de l'éprouvette sandwich et de l'épaisseur d'une peau.

Le paramètre de sortie est la raideur :  $\frac{P}{\delta}$

- **Cas des matériaux hybrides à matrice thermodurcissable**

Le Tableau 3.10 regroupe les paramètres d'entrée, leurs valeurs nominales et leurs variations. Des variations ont été arbitrairement allouées aux paramètres pour lesquels nous ne disposons pas d'information sur la dispersion.

Paramètres	Valeur nominale	Variation du paramètre	Méthode de définition de la variation du paramètre
Module acier ( $E_f$ ) [MPa]	177 000	$\pm 2\%$	arbitraire
Epaisseur acier (t) [mm]	0,2	$\pm 0,006$	Tolérance sur l'épaisseur (fiche technique)
Largeur éprouvette (b) [mm]	15,26	$\pm 0,01$	Précision pieds à coulisse
Module composite ( $E_c$ ) [MPa]	32 000	$\pm 6\%$	arbitraire
Module ( $G_c$ ) composite [MPa]	1 380	$\pm 6\%$	arbitraire
Epaisseur composite (c) [mm]	2,53	$\pm 0,01$	Précision pieds à coulisse
Ecartement rouleaux (L) [mm]	60	$\pm 1$ mm	arbitraire

Tableau 3.10 Valeurs nominales et variations des paramètres d'entrée : cas des matériaux hybrides à matrice thermodurcissable

La Figure 3.28 présente le graphe découlant de l'analyse de sensibilité par la méthode de Morris. Nous rappelons que cette méthode est qualitative et permet essentiellement de classer les paramètres d'entrée par ordre d'influence (Goffart et al., 2018). Sur ce graphe, la lecture du classement des paramètres du plus influent au moins influent se fait de la droite vers la gauche. Il est ainsi possible de noter qu'avec cette méthode, les deux paramètres les plus influents sont l'écartement des rouleaux (L) et l'épaisseur du composite (c).

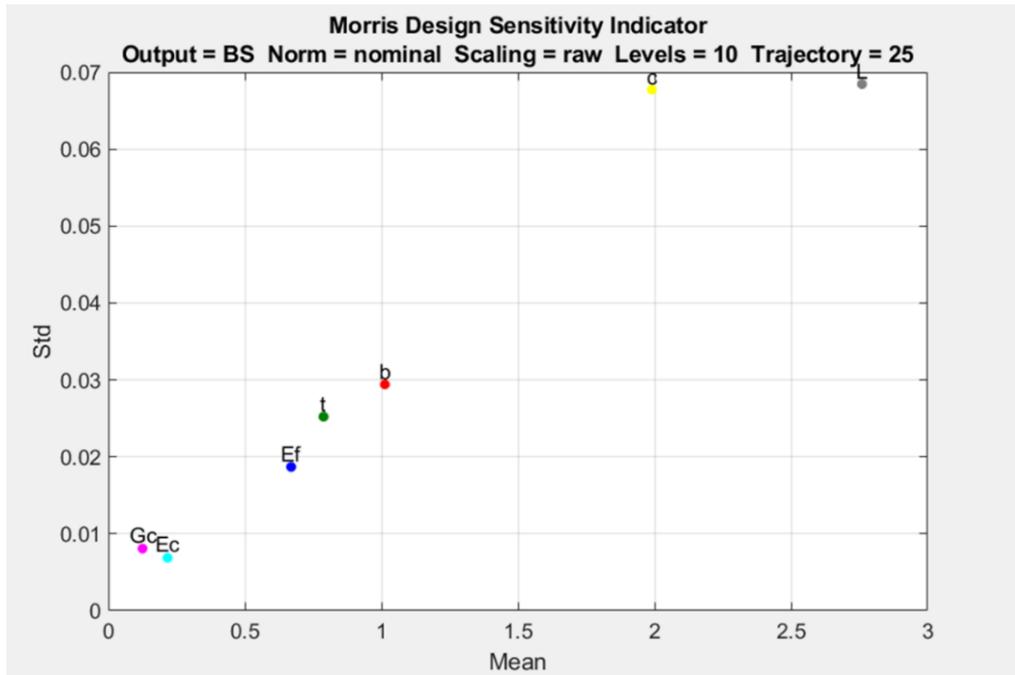


Figure 3.28 Graphe de Morris : cas des hybrides à matrice thermodurcissable

Le Tableau 3.11 ci-dessous présente le classement des paramètres d'entrée découlant de l'analyse de sensibilité réalisée à partir de la méthode de Morris.

Paramètres	Rang Morris
Ecartement rouleaux (L) [mm]	1
Epaisseur composite (c) [mm]	2
Largeur éprouvette (b) [mm]	3
Epaisseur acier (t) [mm]	4
Module acier ( $E_f$ ) [MPa]	5
Module composite ( $E_c$ ) [MPa]	6
Module ( $G_c$ ) composite [MPa]	7

Tableau 3.11 Classement des paramètres à partir de la méthode de Morris

Intéressons-nous à présent aux résultats obtenus à partir de la méthode de Sobol. Ceux-ci sont présentés sur les Figure 3.29 et Figure 3.30.

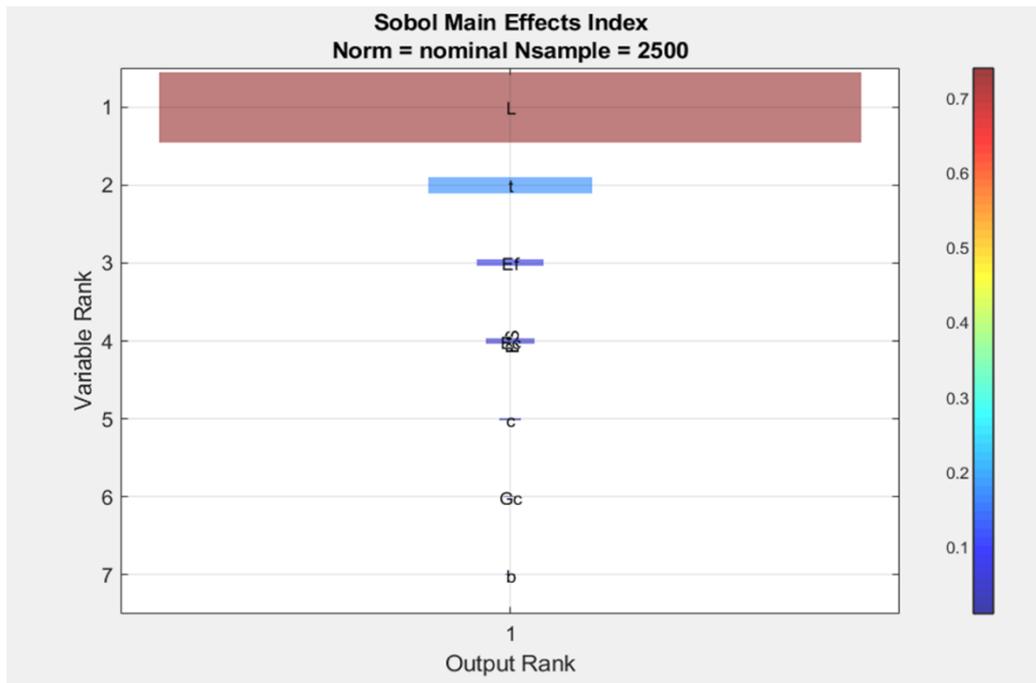


Figure 3.29 Graphe de Sobol –indices principaux : cas des hybrides à matrice thermodurcissable

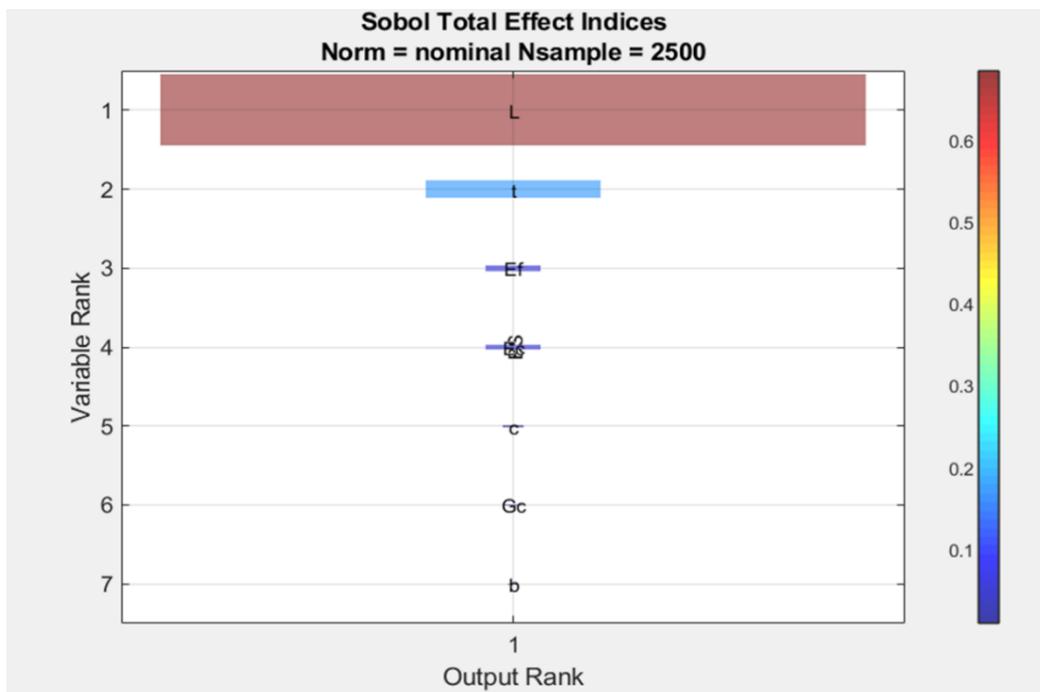


Figure 3.30 Graphe de Sobol –indices totaux : cas des hybrides à matrice thermodurcissable

La Figure 3.29 présente les indices principaux de Sobol qui renseignent sur la part de variance (dispersion) induite par chaque paramètre d'entrée sur la variance du paramètre de sortie. Quant à la Figure 3.30 elle présente les indices totaux de Sobol qui eux, renseignent l'effet de chaque

paramètre et les effets de son interaction avec les autres paramètres sur la variance du paramètre de sortie. En effectuant la lecture des paramètres les plus influents aux moins influents du haut vers le bas on peut constater que dans ce cas, les indices totaux conduisent à un classement identique à celui qu'on obtient avec les indices principaux. Etant donné que la différence entre ces indices est la prise en compte des interactions entre paramètres, nous pouvons conclure que ces interactions sont ici négligeables.

Le Tableau 3.12 ci-dessous présente le classement obtenu. On remarque en observant les indices principaux que l'écartement des rouleaux est particulièrement influent avec une part d'environ 74%. Après lui vient l'épaisseur du métal avec seulement 17% d'influence. Pour ce qui est des autres paramètres, leur influence est moindre. En comparant ce classement avec celui obtenu avec la méthode de Morris, on note quelques différences majeures. On constate par exemple que la largeur de l'éprouvette (b) qui occupe la 3<sup>ème</sup> position avec la méthode de Morris se retrouve en 7<sup>ème</sup> position avec la méthode de Sobol. L'épaisseur du composite (c) qui occupe la 2<sup>ème</sup> position avec la méthode de Morris, se retrouve en 5<sup>ème</sup> position avec la méthode de Sobol. Néanmoins les deux méthodes convergent sur l'estimation de l'écartement des rouleaux (L) en tant que paramètre le plus influent. Ces différences pourraient s'expliquer par le fait que la méthode de Sobol prend en compte la variance des paramètres d'entrée, ce qui n'est pas le cas dans la méthode de Morris.

Paramètres	Indices principaux	Indices totaux	Rang à partir des indices principaux	Rang à partir des indices totaux
Ecartement rouleaux (L) [mm]	0,74	0,69	1	1
Epaisseur acier (t) [mm]	0,17	0,17	2	2
Module acier ( $E_f$ ) [MPa]	0,07	0,054	3	3
Module composite ( $E_c$ ) [MPa]	0,05	0,052	4	4
Epaisseur composite (c) [mm]	0,02	0,019	5	5
Module ( $G_c$ ) composite [MPa]	0,01	0,018	6	6
Largeur éprouvette (b) [mm]	$1,16 \cdot 10^{-4}$	$1,53 \cdot 10^{-4}$	7	7

Tableau 3.12 Classement des paramètres à partir des indices principaux et totaux de Sobol

- **Cas des matériaux hybrides à matrice thermoplastique**

Les valeurs nominales ainsi que la variation des paramètres d'entrée pour ce qui concerne les matériaux hybrides thermoplastiques sont présentées dans le Tableau 3.13.

Paramètres	Valeur nominale	Variation du paramètre	Méthode de définition de la variation du paramètre
Module acier ( $E_f$ ) [MPa]	220 000	$\pm 2\%$	arbitraire
Epaisseur acier (t) [mm]	0,2	$\pm 0,012$	Tolérance sur l'épaisseur (fiche technique)
Largeur éprouvette (b) [mm]	24,82	$\pm 0,01$	Précision pieds à coulisse
Module composite ( $E_c$ ) [MPa]	9 300	$\pm 522$	Ecart type mesure
Module ( $G_c$ ) composite [MPa]	541	$\pm 6\%$	arbitraire
Epaisseur composite (c) [mm]	3,56	$\pm 0,01$	Précision pieds à coulisse
Ecartement rouleaux (L) [mm]	100	$\pm 1$ mm	arbitraire

Tableau 3.13 Valeurs nominales et variations des paramètres d'entrée : cas des matériaux hybrides à matrice thermoplastique

La Figure 3.31 ci-dessous présente le graphe de Morris dans le cas des matériaux hybrides à matrice thermoplastique. La lecture du graphe de la droite vers la gauche permet de dresser le Tableau 3.14 donnant le classement des paramètres d'entrée en termes d'influence sur le paramètre de sortie.

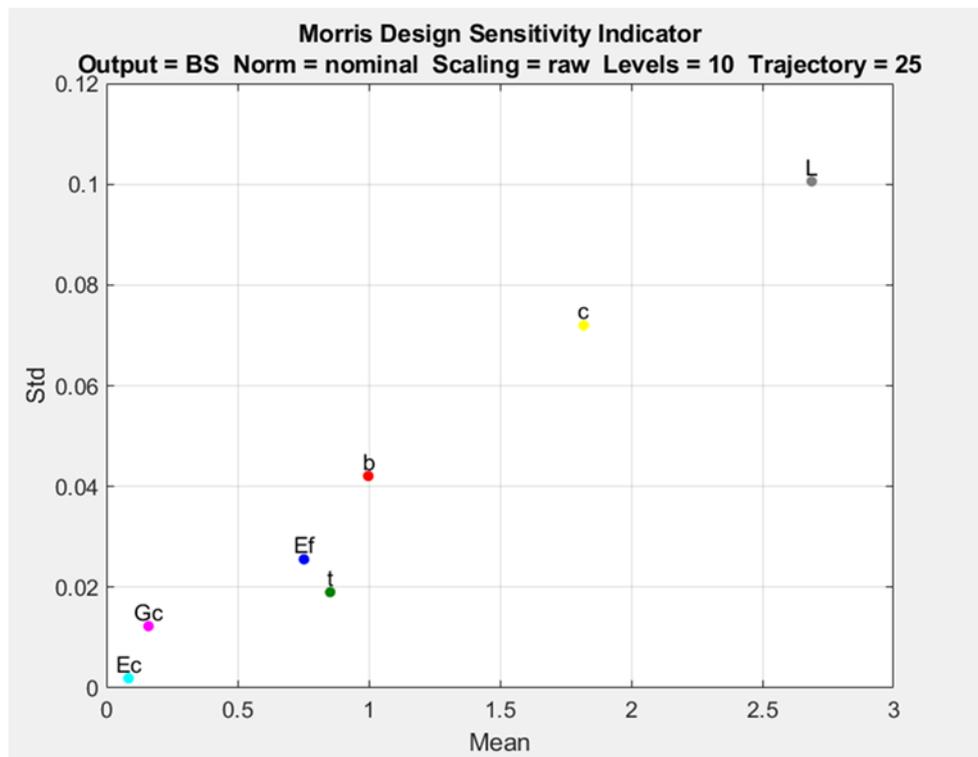


Figure 3.31 Graphe de Morris : Cas des hybrides à matrice thermoplastique

L'écartement des rouleaux (L) apparaît de nouveau ici comme étant le paramètre le plus influent, après lui vient l'épaisseur du composite (c).

Paramètres	Rang Morris
Ecartement rouleaux (L) [mm]	1
Epaisseur composite (c) [mm]	2
Largeur éprouvette (b) [mm]	3
Epaisseur acier (t) [mm]	4
Module acier ( $E_f$ ) [MPa]	5
Module ( $G_C$ ) composite [MPa]	6
Module composite ( $E_C$ ) [MPa]	7

Tableau 3.14 Classement des paramètres à partir de la méthode de Morris

Pour ce qui est des résultats obtenus à partir de la méthode de Sobol, ils sont présentés sur les Figure 3.32 (indices principaux) et Figure 3.33 (indices totaux).

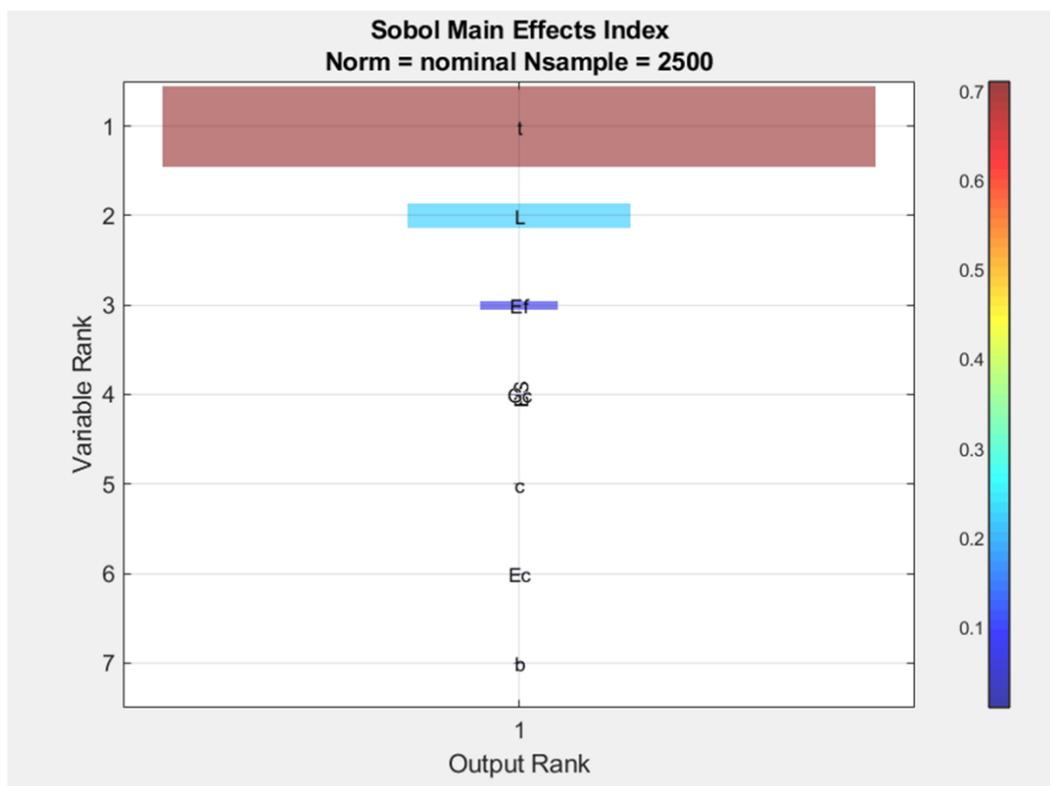


Figure 3.32 Graphe de Sobol –indices principaux : cas des hybrides à matrice thermoplastique

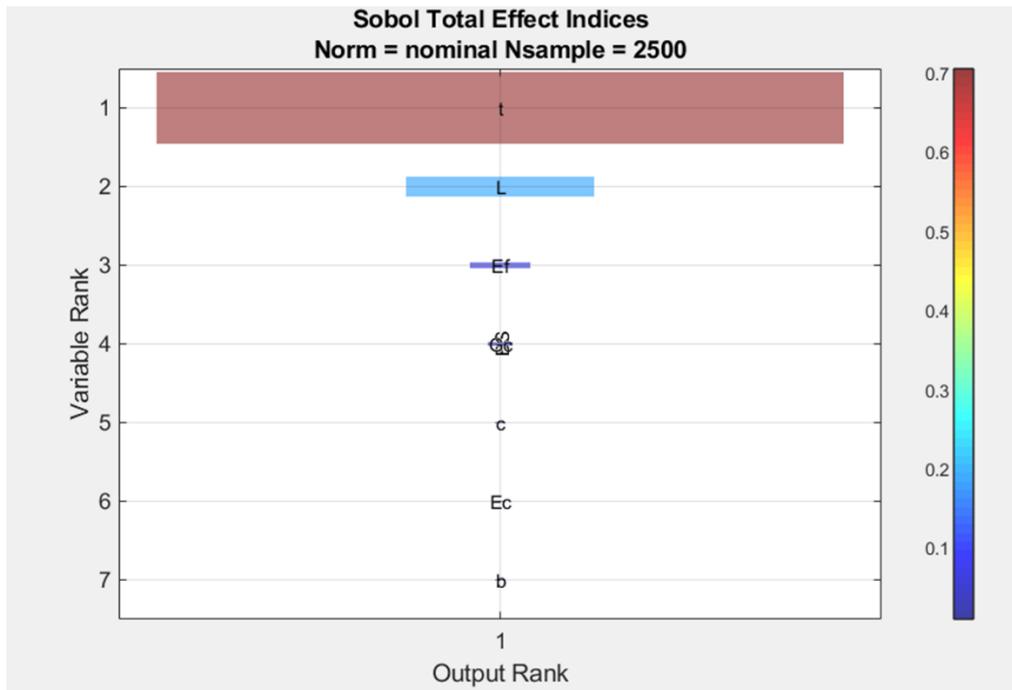


Figure 3.33 Graphe de Sobol –indices totaux : Cas des hybrides à matrice thermoplastique

La lecture du haut vers le bas des paramètres les plus influents aux moins influents sur les Figure 3.32 et Figure 3.33 permet de dresser le Tableau 3.15 donnant leur classement.

<b>Paramètres</b>	<b>Indices principaux</b>	<b>Indices totaux</b>	<b>Rang à partir des indices principaux</b>	<b>Rang à partir des indices totaux</b>
Epaisseur acier (t) [mm]	0,73	0,72	1	1
Ecartement rouleaux (L) [mm]	0,22	0,19	2	2
Module acier ( $E_f$ ) [MPa]	0,08	0,064	3	3
Epaisseur composite (c) [mm]	0,008	0,008	5	5
Module composite ( $E_c$ ) [MPa]	0,006	0,006	6	6
Module ( $G_c$ ) composite [MPa]	0,0058	0,009	4	4
Largeur éprouvette (b) [mm]	$3,05 \cdot 10^{-6}$	$3,9 \cdot 10^{-5}$	7	7

Tableau 3.15 Classement des paramètres à partir des indices principaux et totaux de Sobol

En comparant les classements obtenus à partir des indices principaux et totaux, on remarque qu'ils sont identiques.

Dans le cas de ce matériau, il ressort avec la méthode de Sobol que l'épaisseur d'acier est le paramètre le plus influent avec une part d'environ 73%. Il est suivi de l'écartement des rouleaux avec une part d'influence d'environ 22%. En comparant le classement obtenu avec la méthode de Morris et la méthode de Sobol, on constate dans l'ensemble une très grande différence. Les deux méthodes s'accordent néanmoins sur le fait que l'écartement des rouleaux fait partie des paramètres les plus influents.

Au terme de cette analyse de sensibilité, il ressort que dans le cas des matériaux hybrides à matrice thermodurcissable, le paramètre de loin le plus influent est l'écartement des rouleaux avec une part d'influence d'environ 74%. Ceci traduit que des erreurs effectuées sur cette mesure pendant les essais expérimentaux, mêmes faibles, jouent de manière significative sur les rigidités de flexion mesurées. Dans le cas des matériaux thermoplastiques, c'est l'épaisseur du métal qui apparaît comme étant le paramètre le plus influent avec une part d'influence d'environ 73%. Contrairement au cas des hybrides à matrice thermodurcissable, le paramètre le plus influent est ici une valeur non dépendante de la configuration expérimentale, ce qui réduit les risques d'erreur.

## **V. Comparaison de différentes solutions de matériau**

### **V.1 Comparaison de solutions hybrides à matrice thermodurcissable et matrice thermoplastique**

Le but de cette section est de comparer les solutions hybrides à matrice thermodurcissable (HMTD) et les solutions hybrides à matrice thermoplastique (HMTP). Les données expérimentales brutes obtenues pour les deux familles de matériaux ne sont pas adaptées pour réaliser une comparaison pertinente. En effet, les conditions expérimentales utilisées dans les deux cas ne sont pas les mêmes (épaisseur, écart entre appuis, nuance de l'acier inox). Les propriétés obtenues en considérant le matériau homogène équivalent ne peuvent donc être comparées. Etant donné que dans les sections précédentes, il a été montré que la théorie des stratifiés permet une bonne prédiction des ordres de grandeur des propriétés de rigidité de flexion des hybrides, nous avons eu recours à cette approche théorique pour dresser une étude comparative entre ces deux grandes familles d'hybrides, basés sur des matrices thermodurcissable ou thermoplastique. Pour comparer les deux familles d'hybrides, des hybrides de chacune des familles ont été générés à l'aide de la théorie des stratifiés.

Concernant les matériaux générés, la partie composite de l'HMTD est constituée du matériau Flaxply BL 300 et celle de l'HMTP est constituée du matériau Nattex, de façon à comparer deux composites tissés. L'acier considéré dans les deux cas est l'acier 1 (acier 1.4310). Les détails sur les matériaux générés sont donnés dans le Tableau 3.16.

Matériau	Nature du matériau composite	Stratification	Epaisseur du métal (mm)	Epaisseur totale (mm)	Largeur (mm)	Longueur (mm)
<b>HMTD</b>	Flaxply BL 300	Acier 1 /0°/90°/ 90°/0°/ Acier 1	0,2	3	25	170
<b>HMTP</b>	Nattex	Acier 1 /0°/90°/ 90°/0°/ Acier 1	0,2	3	25	170

Tableau 3.16 Détails sur les matériaux HMTD et HMTP générés à l'aide de la théorie des stratifiés

Les rigidités de flexion  $D$  des matériaux HMTD et HMTP ont été déterminées à l'aide de la théorie des stratifiés. Les valeurs des masses volumiques équivalentes ont été calculées via l'expression (3.6) et sont reportées dans le Tableau 3.17.

$$\rho = \frac{h_m}{h_T} \rho_m + \frac{h_c}{h_T} \rho_c \quad (3.6)$$

où  $h_m$  : épaisseur totale du métal dans l'hybride,  $h_c$  : épaisseur du composite,  $h_T$  : épaisseur totale,  $\rho_m$  : masse volumique du métal,  $\rho_c$  : masse volumique du composite,  $\rho$  : masse volumique équivalente de l'hybride.

	$h_m$ (mm)	$h_c$ (mm)	$h_T$ (mm)	$\rho_m$ (kg/dm <sup>3</sup> )	$\rho_c$ (kg/dm <sup>3</sup> )	$\rho$ (kg/dm <sup>3</sup> )
<b>HMTD</b>	0,4	2,6	3	7,9	1,33	2,18
<b>HMTP</b>	0,4	2,6	3	7,9	1,05	1,96

Tableau 3.17 Masses volumiques des constituants et masses volumiques équivalentes des matériaux hybrides générés

Le Tableau 3.18 ci-dessous donne les valeurs de rigidité en flexion  $D$  et de rigidité de flexion spécifique  $D/\rho$  pour les deux familles de matériau HMTD et HMTP. On note tout d'abord que les rigidités  $D$  ont des valeurs similaires. Ceci n'est pas étonnant puisque les propriétés du composite dans une configuration 2/1 sont des facteurs du second ordre, en particulier comparées à l'épaisseur des peaux métalliques. Pour ce qui est de la rigidité de flexion spécifique, on obtient une valeur plus grande pour l'hybride à matrice thermoplastique avec une différence de 13%. Ceci s'explique par la plus faible densité de la matrice polypropylène et donc du composite associé. Ainsi, pour les hybrides considérés dans cette étude, le choix d'un

hybride à matrice thermoplastique permet de bénéficier d'un gain de masse d'environ 13% par rapport à un hybride à matrice thermodurcissable.

	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	D (N.mm)	D/ $\rho$ (10 <sup>3</sup> N.mm <sup>4</sup> /g)
<b>HMTD</b>	2,21	164 000	75 230
<b>HMTP</b>	1,96	166 000	84 690

Tableau 3.18 Valeurs des masses volumiques  $\rho$ , des rigidités en flexion D et des rigidités spécifiques D/ $\rho$  des matériaux générés

Il est également important de considérer les aspects économiques en faisant ce travail comparatif. Le Tableau 3.19 regroupe le prix d'achat au m<sup>2</sup> des matériaux de la partie composite et de la partie métallique de chaque hybride, le nombre de couches de chaque matériau ainsi que le prix au m<sup>2</sup> obtenu pour chaque hybride.

	Prix m <sup>2</sup> composite (€/m <sup>2</sup> )	Prix m <sup>2</sup> métal (€/m <sup>2</sup> )	Nombre couches composite	Nombre couches métalliques	Prix m <sup>2</sup> hybride (€/m <sup>2</sup> )
<b>HMTD</b>	36	82	4	2	308
<b>HMTP</b>	40,71	82	4	2	326,8

Tableau 3.19 Estimation du prix au m<sup>2</sup> des hybrides

Cette estimation permet de constater que les prix au m<sup>2</sup> des différents hybrides sont similaires, on ne note qu'une différence d'environ 6% en faveur de l'hybride à matrice thermodurcissable. Ainsi, aucun des deux hybrides ne présente un réel avantage économique sur l'autre. Il est ici important de souligner que ces tarifs correspondent au prix de la matière pour des achats en petite quantité, à une échelle laboratoire. Ils ne reflètent en rien les prix qui pourraient être négociés pour des grands volumes de production.

D'autres critères doivent également être pris en compte, en particulier en vue de leur utilisation pour du mobilier urbain.

#### **-Temps de mise en forme**

D'une manière générale, les hybrides à matrice thermoplastique offrent l'avantage d'un temps de mise en forme plus court comparé aux hybrides à matrice thermodurcissable (Compston et al., 2001). C'est effectivement le constat qui a été fait lors de la fabrication des deux types d'hybrides. L'hybride à matrice thermoplastique a un temps de cuisson 90 min contre un temps de mise en forme de 5 min pour l'hybride à matrice thermoplastique. Ceci découle de la nature du composite intervenant dans les deux types d'hybride. On a d'une part un composite thermodurcissable et d'autre part un composite thermoplastique. Ce dernier permet des cadences de production plus élevées que celles d'un composite thermodurcissable, et comparables à celles des métaux (Equip'Prod, 2015).

## **-Impact environnemental et fin de vie**

Pour les deux familles d'hybrides, il s'agit d'assemblages multimatériaux. Pour ces types de matériaux, Remery et al. (Remery et al., 2012) ont défini six scénarios de fin de vie possibles (ces scénarios sont décrits dans le chapitre 1). Il s'agit de la réutilisation, de la mise à niveau (réparation ou modification), du recyclage après désassemblage, du recyclage sans désassemblage (broyage et récupération des matériaux intéressants), de l'incinération avec récupération d'énergie et de la mise en décharge. Parmi ces différentes options, le recyclage après désassemblage reste l'option à privilégier pour obtenir un impact environnemental le plus réduit possible. Cette option sera cependant plus difficilement envisageable dans le cas de l'hybride thermodurcissable car, étant donné la nature non fusible de la matrice époxy, la question du désassemblage est plus difficile à appréhender. En revanche, dans le cas de l'hybride thermoplastique, la nature fusible de la matrice est un facteur facilitateur qui rend cette option beaucoup plus envisageable. Une fois désassemblés, il faudrait ensuite s'intéresser au moyen de recycler les différents composants mis en jeu (acier, composite). Étant donné que ces moyens ont été évoqués et détaillés dans le chapitre 1, nous allons ici nous intéresser beaucoup plus aux avantages qu'offrent l'une ou l'autre famille de matériau. Pour ce qui concerne les métaux, leur recyclabilité est bien connue depuis longtemps. De plus, le type de métal dont il est question ici, à savoir l'acier, est le matériau le plus recyclable et le mieux recyclé au monde (ArcelorMittal). Pour ce qui concerne les composites bio-sourcés, on peut relever trois méthodes principales de recyclage : le recyclage mécanique, le recyclage par remoulage et le recyclage par voie chimique (Piquet, 2015). Le recyclage mécanique fait intervenir une série d'opérations : déchiquetage, broyage, tamisage. Dans le cas des composites thermodurcissables, la seule option possible de revalorisation après ces opérations est l'utilisation sous forme de charges. Par contre, les composites thermoplastiques ont l'avantage de pouvoir être remis en forme après un broyage. Le recyclage par remoulage consiste à remouler tout simplement le composite. Cette technique n'est possible que dans le cas des composites thermoplastiques.

Un des points clés pour l'application dans le domaine du mobilier urbain est également la durabilité de ces matériaux, en particulier dans des environnements extérieurs. C'est l'objet du chapitre suivant.

## **V.2 Comparaison de solutions hybrides Nattex et de solutions hybrides à âme PP seul**

Dans cette section nous nous intéressons à comparer des hybrides Nat-CS-2/1-0,2 ayant entre les couches métalliques du Nattex (lin/polypropylène) avec des hybrides ayant entre les couches métalliques uniquement du polypropylène (PP-2/1-0,2). Le but de cette étude est de pouvoir évaluer l'intérêt de la présence des fibres. Pour ce faire, l'hybride PP-2/1-0,2 a été généré à l'aide de la théorie des stratifiés de manière à être comparable à l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 déjà existant, et toujours à l'aide de cette théorie, les rigidités spécifiques de ces deux familles d'hybride ont été évaluées. Les propriétés élastiques du polypropylène sont données dans le Tableau 3.20. Dans le Tableau 3.21, les détails sur l'hybride PP-2/1-0,2 généré sont donnés et ceux concernant l'hybride Nattex sont rappelés.

Matériau	E (MPa)	$\nu$	G (MPa)	Source
Polypropylène	1 200	0,4	455	(Gay, 2005)

Tableau 3.20 Propriétés élastiques du polypropylène

Matériau	Stratification	Epaisseur du métal (mm)	Epaisseur totale (mm)	Largeur (mm)	Longueur (mm)	Nomenclature
Hybride Nattex	Acier 2/ Nattex/Acier 2	0,2	3,78	25	170	Nat-CS-2/1-0,2
Hybride PP	Acier 2/ PP/Acier 2	0,2	3,78	25	170	PP-2/1-0,2

Tableau 3.21 Détails sur les matériaux hybrides Nat-CS-2/1-0,2 et PP-2/1-0,2

Les valeurs de rigidité en flexion théoriques obtenues pour ces matériaux sont données dans le Tableau 3.22. On peut noter que la rigidité en flexion de l'hybride ne possédant pas de fibres est inférieure d'environ 7,2% par rapport à celle de l'hybride possédant des fibres de lin. Ainsi la présence des fibres de lin apporte une amélioration modérée de la rigidité en flexion de l'hybride. Néanmoins, elles peuvent apporter d'autres avantages.

Considérons à présent l'aspect thermique. La Figure 3.34, présente le dilatogramme obtenu lors de la mesure du coefficient de dilatation du composite Nat. Lors de la première montée en température (courbe rouge), l'échantillon se contracte. En effet il sèche étant donné qu'il s'agit de matériaux qui ont une forte hygroscopie. Pour cette raison, le coefficient de dilatation a été mesuré au niveau de la deuxième montée de température (courbe bleu). La valeur obtenue est de  $14,56.10^{-6} K^{-1}$ .

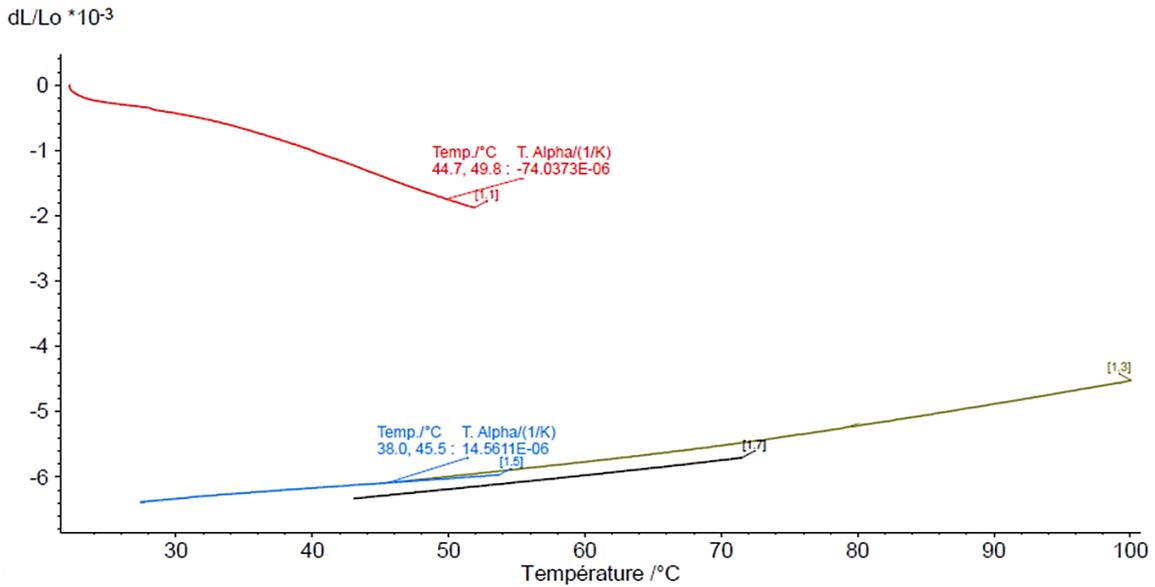


Figure 3.34 Dilatogramme sur le Nattex

D'un point de vue thermique, on constate qu'une solution hybride Nat-CS-2/1-0,2 est effectivement avantageuse. En effet, le coefficient de dilatation du métal indiqué sur la fiche technique est de l'ordre de  $11.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , celui du Nattex mesuré est de l'ordre de  $14,6.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , et celui du polypropylène seul est connu de l'ordre de  $150.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Ainsi, une solution PP-2/1-0,2 conduit à une différence de coefficient de dilatation beaucoup plus importante entre l'âme et les peaux métalliques. Lors d'une variation de température, les contraintes thermomécaniques créées à l'interface entre les deux matériaux seraient donc beaucoup plus importantes que celles qu'on aurait avec une solution Nat-CS-2/1-0,2, et pourraient éventuellement provoquer un délaminage. La solution à âme composite serait donc avantageuse du point de vue de la résistance à la fatigue thermique.

Matériaux	Nat-CS-2/1-0,2	PP-2/1-0,2
Rigidité en flexion théorique (N.mm)	349 000	324 000

Tableau 3.22 Rigidités en flexion théoriques des matériaux hybrides Nat-CS-2/1-0,2 et PP-2/1-0,2

### V.3 Comparaison des solutions hybrides vis-à-vis de quelques solutions monomatériaux

Il est également intéressant de comparer les solutions hybrides (multimatériaux par définition) à d'autres solutions usuelles monomatériaux. Bréchet et al. (Bréchet, Ashby, Cebon, & Salvo, 2004) proposent un paramètre permettant de comparer les matériaux à la fois sur les critères de légèreté et des performances mécaniques. Ce paramètre, que nous noterons P, fait intervenir le module et la masse volumique. Pour une sollicitation en flexion, P s'exprime suivant la relation (3.7).

$$P = \frac{E^{1/2}}{\rho} \quad (3.7)$$

Les matériaux ainsi que leur module et leur masse volumique sont répertoriés dans le Tableau 3.23. Pour les hybrides, les modules sont ceux des matériaux homogènes équivalents calculés à partir de la théorie des stratifiés (avec cisaillement) présentée dans le chapitre 2.

Matériaux	E (GPa)	Masse volumique $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )
UD-CS-2/1-0,2 (SF)	97	2,2
UD-CS-2/1-0,3	123	2,6
UD-CS-3/2-0,2	91	2,6
Nat-CS-2/1-0,2	77,3	1,8
Acier 1.4310	201	7,9
Acier K41X	220	7,7
Bois (chêne)	12,5	0,71
Mat de verre époxy	18	1,85

Tableau 3.23 Modules et masses volumiques des hybrides et monomatériaux comparés

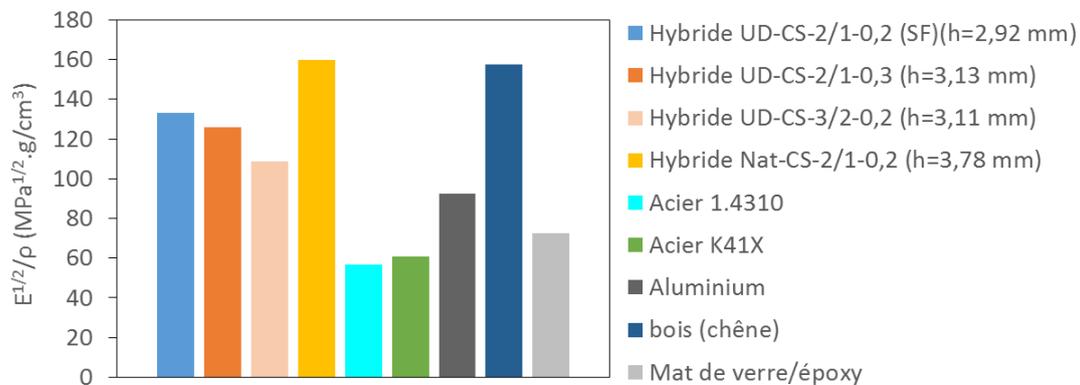


Figure 3.35 Comparaison des matériaux hybrides avec les monomatériaux sur la base du paramètre P

La Figure 3.35 permet de constater que les solutions hybrides ici présentes surclassent tous les monomatériaux sauf le bois. Cependant, d'autres critères de comparaison doivent être pris en compte dans le contexte d'un cahier des charges de mobilier urbain.

- Résistance au choc :

Pendant sa durée de vie, le mobilier extérieur est exposé à des charges d'impact pouvant provenir de la chute d'objets quelconques, ou de chocs avec des véhicules. Il est donc important

que le matériau le constituant présente une bonne résistance au choc. D'après Demircio et al. (Demircio et al., 2018), les bois industriels ont une fragilité intrinsèque qui les rend sensibles aux chocs. Dans leurs travaux, les auteurs ont étudié l'effet de l'impact à basse vitesse sur des sandwichs en peau de bois de frêne et en âme PVC. La Figure 3.36 présente les faciès de rupture de ces matériaux après des impacts à 15, 30 et 45 J. On note qu'à 15 J déjà, le bois subi un endommagement non négligeable.

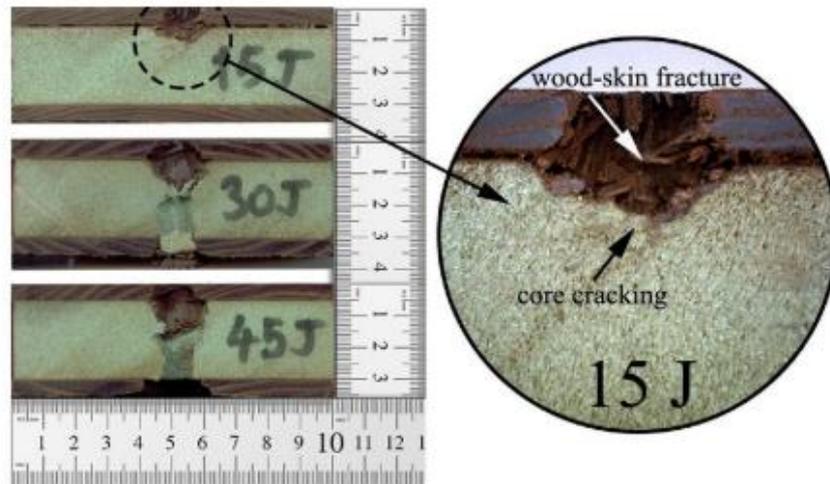


Figure 3.36 Faciès après impact à 15, 30 et 45 J

Concernant les matériaux hybrides, la présence des couches métalliques extérieures représente un grand avantage dans le cadre de la résistance à la perforation et pour l'absorption d'énergie. Cependant les essais d'impact réalisés dans le cadre de cette étude ont montré que pour des énergies d'impact élevées, on assiste à la fissuration des couches métalliques de l'hybride. Ceci poserait alors clairement un problème de durabilité car des substances gazeuses ou liquides pourraient alors trouver facilement un chemin au sein du matériau.

- Esthétique :

L'aspect esthétique s'affirme généralement au travers de géométries complexes permettant d'affiner le design de la structure. Cependant, avec le bois massif, il est difficile de fabriquer des pièces à géométrie complexe. Les composites et les hybrides offrent quant à eux une grande liberté de conception permettant d'explorer librement différentes formes. Par ailleurs, toujours dans le cadre de l'esthétique, il est important que la structure garde dans le temps un aspect agréable à la vue. Or, comparé à l'inox, le bois est beaucoup plus susceptible de se tacher et de changer d'aspect au cours du temps. En ayant recours aux hybrides, les couches métalliques extérieures permettent d'assurer une propreté plus durable.

- Possibilité de rendre la structure intelligente :

Dans le contexte actuel, où la notion de ville intelligente tend à se développer, il est intéressant de proposer des structures de mobilier permettant de mettre en œuvre ce concept de manière aisée, en offrant la possibilité d'une instrumentation intégrée au cœur de la matière. Bien qu'il soit possible d'équiper le bois de capteurs ou d'indicateurs, cette instrumentation n'est possible qu'en surface. L'avantage des matériaux composites est qu'ils offrent la possibilité de noyer

ces dispositifs électroniques (capteurs et actionneurs) dans le matériau, lors de sa fabrication. Il est par exemple possible d'insérer dans le matériau des câbles SMA (Noolvi & Nagaraj, 2020). Il s'agit de câbles qui trouvent leurs applications dans divers secteurs tels que le secteur de l'industrie et de l'automobile où ils sont utilisés pour la robotique et la manipulation de pièces de travail, ils sont également utilisés dans les domaines de la miniaturisation des systèmes de caméras optiques et des vannes pneumatiques et fluidiques.

- Modularité :

Avec le bois massif il est difficile de fabriquer des structures modulables pouvant être adaptées selon les situations ou selon les besoins, or le recours aux multimatériaux permet d'agencer librement différentes pièces pour aboutir à une structure modulable.

## **VI. Conclusion**

Ce chapitre a permis de présenter les résultats d'une vaste étude comparative, incluant différents types de matériaux, de structures et de configurations, afin de déterminer leur adéquation avec l'utilisation envisagée. Pour cela, le comportement des différentes solutions a été évalué sous sollicitations de flexion et d'impact.

Les enseignements principaux qui ressortent de cette étude sont les suivants :

- pour les hybrides à base de composites à matrice thermodurcissable, la résine permet seule l'adhésion aux couches d'acier et l'ajout d'un film de colle n'est pas nécessaire;
- le choix de la séquence d'empilement pour la partie composite de l'hybride n'influence quasiment pas les propriétés en flexion et à l'impact ;
- pour les sollicitations étudiées, la configuration 2/1 se révèle préférable à la configuration 3/2, car elle permet d'obtenir un module de flexion plus élevé et une meilleure résistance à l'impact ;
- du point de vue du dimensionnement, nous avons pu montrer que l'utilisation de la théorie des stratifiés (prenant en compte le cisaillement transverse), aussi bien que la théorie des structures sandwichs, permettent toutes deux une prédiction satisfaisante des propriétés en flexion des hybrides ;
- pour les hybrides considérés, le choix d'une résine thermoplastique permet de bénéficier d'un gain de masse d'environ 13% par rapport à une résine thermodurcissable ;
- pour les hybrides considérés, les valeurs de rigidité en flexion par rapport au coût économique sont similaires ;
- les solutions hybrides représentent des alternatives intéressantes aux solutions monomatériaux pour des applications présentant un besoin simultané des critères de légèreté, de bonnes performances mécaniques et de durabilité.

Ces différents éléments permettent déjà d'éclairer en partie le choix du concepteur. Il reste néanmoins, dans le contexte du mobilier urbain, des sollicitations autres que les chargements mécaniques à prendre en compte. Le chapitre suivant sera consacré aux effets du vieillissement de ces structures soumises à des sollicitations hygrothermiques et thermiques, et s'intéressera plus particulièrement aux solutions à base de résine thermoplastique qui présentent les meilleures options de recyclage et de valorisation en fin de vie.



# Chapitre 4 : Vieillissement

Le domaine applicatif visé étant le mobilier extérieur, il s'est montré nécessaire de s'intéresser à la durabilité du matériau d'étude afin de comprendre les mécanismes de vieillissement de ce dernier lorsqu'il est exposé à divers facteurs environnementaux. Contrairement aux solutions hybrides à matrice thermodurcissable, les solutions hybrides à matrice thermoplastique offrent des possibilités de recyclage en fin de vie. Pour cette raison, cette partie s'intéressera essentiellement à cette famille de matériaux.

Dans le présent travail, l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 et le composite Nat le constituant, pris séparément, ont été soumis à deux types de vieillissement, un vieillissement hydrothermique, et un vieillissement thermique. Etant donné que le vieillissement naturel s'étend très souvent sur des temps longs, les essais de vieillissement ont été réalisés dans des conditions permettant d'accélérer les mécanismes de dégradation. Ceci a permis de suivre l'évolution des essais sur des échéances variées et avec des délais relativement courts et ainsi compatibles avec la durée de la thèse. Différents paramètres ont été considérés pour évaluer le vieillissement du matériau. On s'est notamment intéressé à l'aspect physique, aux variations de dimensions et de masse, aux changements au niveau du comportement et des propriétés mécaniques. Le choix de ces propriétés a été motivé par le fait que dans la littérature les travaux menés sur des matériaux similaires ont bien montré que de tels paramètres sont très souvent de très bons indicateurs du vieillissement (Beg & Pickering, 2008 ; Cadu et al., 2019 ; Chilali et al., 2017 ; Espert et al., 2004 ; Gupta & Srivastava, 2015 ; Joseph et al., 2002 ; Stamboulis et al., 2000 ; Yan & Chouw, 2015). Le suivi de l'aspect physique est effectué par des inspections visuelles et/ou des observations microscopiques, celui de la masse est effectué par pesée à l'aide d'une balance, celui des dimensions est effectué par mesures à l'aide d'un pied à coulisse, et celui du comportement et des propriétés mécaniques est effectué au travers d'essais quasi-statiques de flexion trois points et d'essais d'impact.

Ce chapitre, s'intéressera dans un premier temps au vieillissement hydrothermique, et dans un second temps au vieillissement thermique. Dans chacun des cas, le choix du type de vieillissement sera motivé, le protocole de vieillissement sera décrit, et l'effet du vieillissement sur le comportement et les propriétés mécaniques du composite Nat et de l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 sera évalué.

## I. Vieillissement hydrothermique

### I.1 Protocole

Cette méthode de vieillissement a été choisie afin d'évaluer l'influence de l'eau sur le matériau étudié. En effet, le matériau d'étude est fabriqué à base de fibres végétales qui sont assez sensibles à l'eau. Il s'est donc montré capital d'évaluer l'influence de l'eau sur son comportement et ses propriétés. Le vieillissement hydrothermique s'est fait dans de l'eau distillée portée à une température de 70 °C. Le paramètre de température est ajouté afin d'accélérer les mécanismes de sorption et de dégradation. La température de 70 °C a été choisie

car elle est très souvent employée dans la littérature dans le cadre des essais de vieillissement sur des composites à fibres végétales (Berges et al., 2016 ; Espert et al., 2004 ; Hallonet, 2016 ; Joseph et al., 2002). Il s'agit de la température préconisée par la norme NF EN 2823 pour évaluer l'effet de l'exposition à l'atmosphère humide sur les caractéristiques mécaniques et physiques des plastiques renforcés de fibres. Le vieillissement du composite a été effectué dans un premier temps sur des petits coupons de 20 x 20 mm<sup>2</sup> afin d'aborder plus stratégiquement le vieillissement sur les grandes éprouvettes dédiées aux essais mécaniques. Chaque coupon a été isolé dans un bécher rempli d'eau portée à 70 °C, maintenu à l'aide de pinces en bois dans un bain porté également à 70 °C (Figure 4.1 a). La découpe des coupons a été réalisée au jet d'eau et au laser. Le Tableau 4.1 présente les détails sur les différents coupons.

<b>Durée de vieillissement</b>	<b>Matériau</b>	<b>Mode de découpe</b>	<b>Nombre de coupons</b>
79 jours	Composite	Jet d'eau	1
79 jours	Composite	Laser	2

Tableau 4.1 Durées de vieillissement et caractéristiques des coupons vieillis en immersion

<b>Durée de vieillissement</b>	<b>Type d'essai</b>	<b>Nombre d'éprouvettes Composite Nat</b>	<b>Nombre d'éprouvettes Hybride Nat-CS-2/1-0,2</b>
Non vieilli	Flexion	5	5
	Impact	5	5
10 jours	Flexion	3	3
	Impact	3	3
30 jours	Flexion	3	3
	Impact	3	3
50 jours	Flexion	3	/
	Impact	3	/
177 jours	Flexion	3	3
	Impact	3	3

Tableau 4.2 Durées de vieillissement et caractéristiques des éprouvettes vieilles en immersion

Les éprouvettes soumises au test de vieillissement hydrothermique sont prélevées dans des plaques de composites Nat et d'hybrides Nat-CS-2/1-0,2. Leur forme et leurs dimensions ont été choisies de manière à pouvoir réaliser des tests mécaniques de type flexion et impact après le vieillissement. Les éprouvettes de flexion sont de dimensions 170 x 25 mm<sup>2</sup> et celles d'impact sont de dimensions 100 x 100 mm<sup>2</sup>. Le thermocryostat utilisé pour leur vieillissement est présenté sur la Figure 4.1 b. Les durées de vieillissement considérées sont données dans le Tableau 4.2.

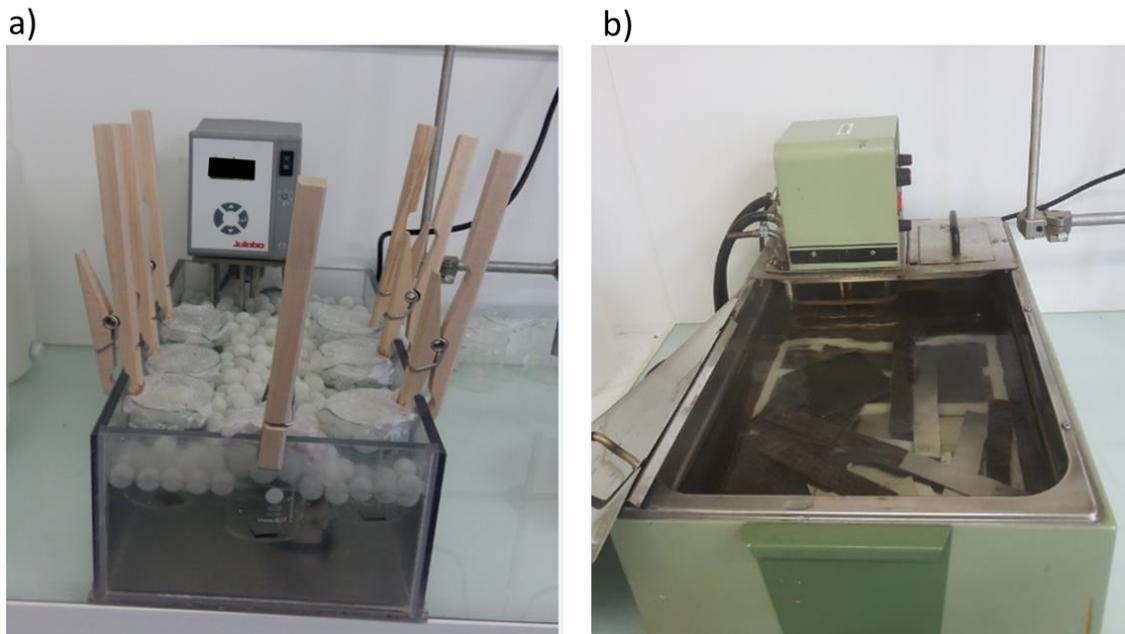


Figure 4.1 Photo des équipements utilisés pour le vieillissement hydrothermique : a) bac utilisé pour le vieillissement des coupons, b) thermocryostat utilisé pour les grandes éprouvettes dédiées aux essais mécaniques

## I.2 Mesure d'absorption d'eau

L'absorption d'eau au cours du temps a été suivie par mesure gravimétrique. Avant la pesée, les échantillons sont essuyés à l'aide d'un papier absorbant afin d'éliminer la pellicule d'eau présente en surface. Les pesées sont réalisées avec une balance Mettler Toledo d'une précision de 0,01 mg. Une fois pesés, les échantillons sont remis dans le bain d'immersion. Le calcul du pourcentage de masse d'eau absorbée  $M_t$  se fait en utilisant l'équation (4.1).

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 (\%) \quad (4.1)$$

où  $m_t$  et  $m_0$  correspondent respectivement à la masse de l'échantillon vieilli à un instant  $t$  et à la masse de l'échantillon initial.

Nous soulignons que dans le cas des matériaux hybrides, étant donné que le métal ne joue aucun rôle dans l'absorption d'eau, un calcul de prise de masse a également été fait en ne considérant que la masse de la partie composite.

Par ailleurs un suivi des épaisseurs a également été effectué, et la variation d'épaisseur  $H_t$  a été calculée suivant l'équation (4.2).  $h_t$  et  $h_0$  correspondent respectivement à l'épaisseur de l'échantillon vieilli à un instant  $t$  et à l'épaisseur de l'échantillon initial.

$$H_t = \frac{h_t - h_0}{h_0} \times 100 \text{ (\%)} \quad (4.2)$$

### I.3 Influence du vieillissement hydrothermique sur le composite Nat

#### I.3.1 Essais préliminaires sur coupons

Comme souligné ci-dessus, une étude a été faite au préalable sur des coupons obtenus à partir de deux modes de découpes, la découpe au jet d'eau et la découpe laser. Avant de procéder aux essais de vieillissement sur ces matériaux, une observation de leur tranche a été faite au MEB (Figure 4.2). A partir de La Figure 4.2 b, il est possible d'observer clairement une cautérisation des tranches dans le cas du coupon découpé au laser.

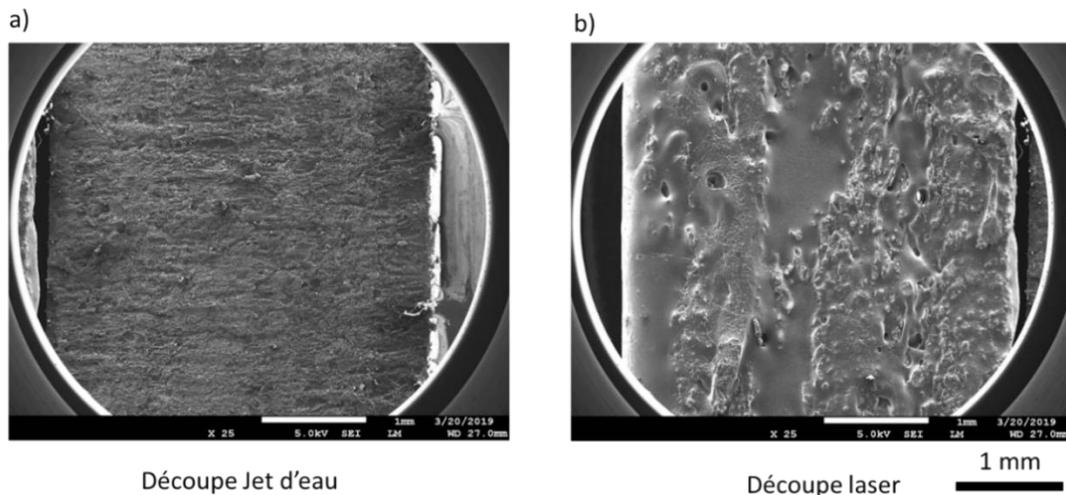


Figure 4.2 Images MEB des tranches des coupons : a) découpe jet d'eau, b) découpe laser

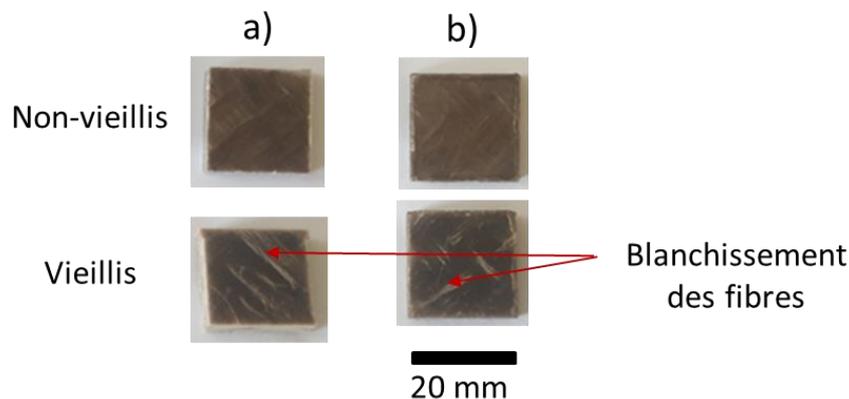


Figure 4.3 Etat des coupons avant et après vieillissement hydrothermique pendant 79 jours environ : a) échantillon découpé au jet d'eau, b) échantillon découpé au laser

La Figure 4.3 présente l'aspect des coupons avant et après vieillissement pendant 79 jours environ. On note que les fibres s'assombrissent du fait de la présence d'eau, et à certains endroits on observe des fibres qui ont blanchi.

La Figure 4.4 présente les courbes de prise de masse des coupons composites découpés au jet d'eau et au laser. On note que les deux types de coupons présentent un processus d'absorption similaire en tout début de courbe. Cependant la prise de masse à saturation atteinte par le composite découpé au jet d'eau est d'environ 7,3% et celle des coupons découpés au laser est d'environ 8,8%. Soit une absorption plus élevée dans le cas de ces derniers avec une différence d'environ 21%. Ce résultat est contraire à nos attentes, car on se serait attendu à ce que l'absorption d'eau au niveau des échantillons découpés au laser soit limitée par la cautérisation au niveau des tranches. Une explication à ce résultat serait que ces derniers contenaient peut-être des défauts préexistants qui auraient contribué à accueillir une plus grande quantité d'eau. Il est également possible que les composites découpés au jet d'eau aient eu à absorber une certaine quantité d'eau lors de la découpe.

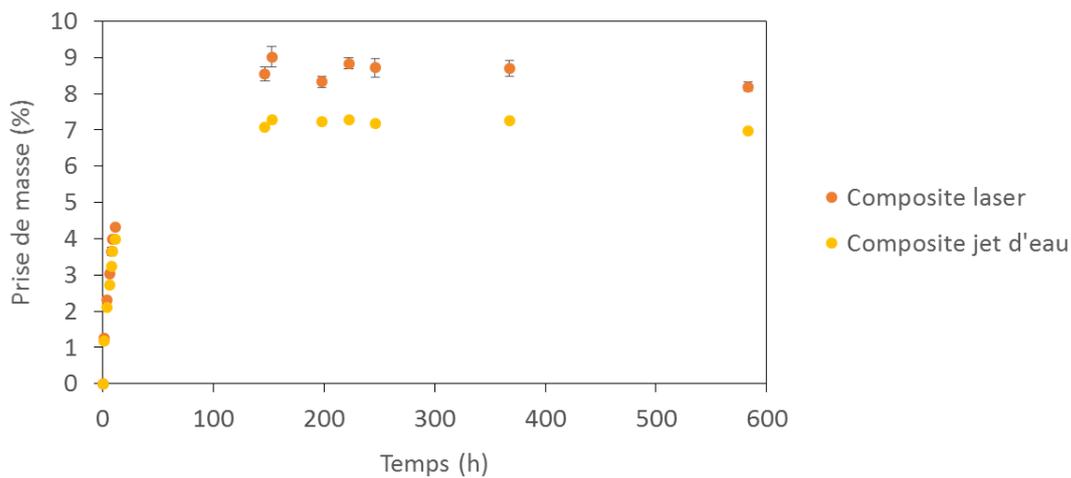


Figure 4.4 Prise de masse des petits échantillons de composite découpés au laser et au jet d'eau

Cette étude préliminaire permet premièrement de noter que la découpe laser entraîne une cautérisation des tranches des échantillons. Pour une meilleure appréciation des mécanismes de diffusion de l'eau dans le matériau, il est donc préférable d'éviter ce mode de découpe. Deuxièmement, elle permet de constater que le vieillissement hydrothermique entraîne un changement de couleur au sein du composite. Et troisièmement, elle donne un ordre de grandeur de la prise de masse à saturation des composites Nat (7,3%, 8,8%).

## I.3.2 Essais sur éprouvettes dédiées aux essais mécaniques

### I.3.2.1 Influence du vieillissement hydrothermique sur l'aspect physique du composite Nat

Le vieillissement hydrothermique induit des changements au niveau de l'apparence du composite. Au cours du vieillissement, les changements de couleur sont les mêmes que ceux observés au niveau des coupons (Figure 4.5 b). Le même constat est fait après 10 jours, 30 jours, 50 jours et 177 jours. Une fois que le matériau est sorti de l'eau et qu'il sèche à l'ambiante, sa couleur évolue vers une couleur beige tel que le montre la photo présentée sur la Figure 4.5 c.

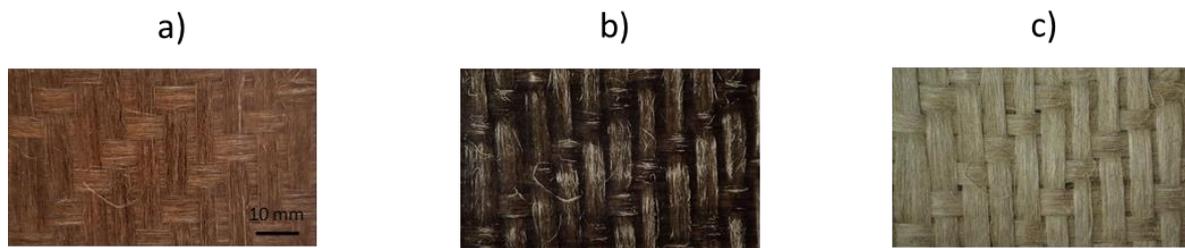


Figure 4.5 Effet du vieillissement hydrothermique sur l'aspect physique des composites Nat : a) aspect initial, b) aspect au cours du vieillissement, c) aspect après séchage à l'ambiante

### I.3.2.2 Prise de masse

La Figure 4.6 présente la courbe de sorption d'eau des composites Nat. Le suivi a été effectué d'une part sur des composites destinés à des essais de flexion (de dimensions 170 x 25 mm<sup>2</sup>) et d'autre part sur des composites destinés à des essais d'impact (de dimension 100 x 100 mm<sup>2</sup>). On note tout d'abord que le processus d'absorption est similaire indépendamment de la géométrie des éprouvettes. Il se caractérise initialement par une augmentation linéaire avec une pente très abrupte entre 0 et 4 jours environ, où la prise de masse évolue jusqu'à une valeur d'environ 7%. Ceci traduit une absorption rapide du matériau en tout début d'exposition. On observe ensuite un deuxième stade d'évolution où les courbes s'adoucissent pour former ensuite un plateau au niveau d'une prise de masse d'environ 8%. On constate que cette valeur de prise de masse à l'équilibre est similaire à celles obtenues sur les petits coupons de composite (7,3% sur composite jet d'eau et 8,8% sur composite laser). Ce plateau est atteint au bout de 14 jours environ et s'étend sur 20 jours environ soit jusqu'au 34<sup>ème</sup> jour. On note enfin un troisième stade, entre 34 et 177 jours environ, caractérisé par une diminution progressive de la masse. Cette perte de masse est attribuée à la dégradation du matériau. Ce comportement est similaire à celui illustré sur la courbe D de la Figure 1.15. Les valeurs de prise de masse des composites à géométrie flexion et impact aux différentes durées de vieillissement pour lesquelles des essais mécaniques ont été réalisés sont regroupées dans le Tableau 4.3.

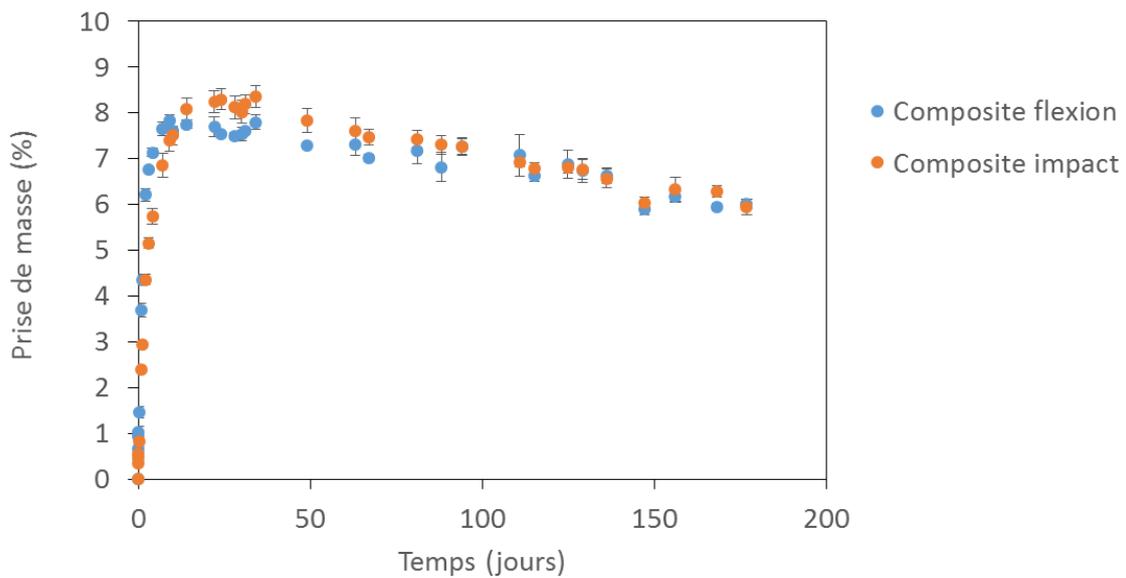


Figure 4.6 Prise de masse des échantillons de composite à géométrie type flexion et impact

Durées	Prise de masse (%)			
	10 jours	30 jours	50 jours	177 jours
<b>Eprouvettes composite flexion</b>	7,61	7,53	7,3	6
<b>Eprouvettes composite impact</b>	7,5	8	7,8	5,9

Tableau 4.3 Prise de masse des composites à géométrie flexion et impact aux différentes durées de vieillissement

La Figure 4.7 présente la variation des épaisseurs des éprouvettes de composite pendant le vieillissement. De manière générale, on note que l'évolution de l'épaisseur au cours du vieillissement est similaire à celle de la masse. On remarque que l'épaisseur augmente considérablement entre 0 et 10 jours, d'environ 12%. Elle décroît ensuite entre 10 et 177 jours avec une chute marquée à 177 jours où la variation d'épaisseur passe à seulement 6,3% environ. Ce résultat vient appuyer la conclusion faite ci-dessus suite à l'analyse de la prise de masse, à savoir la dégradation marquée du matériau après une dizaine de jours de vieillissement.

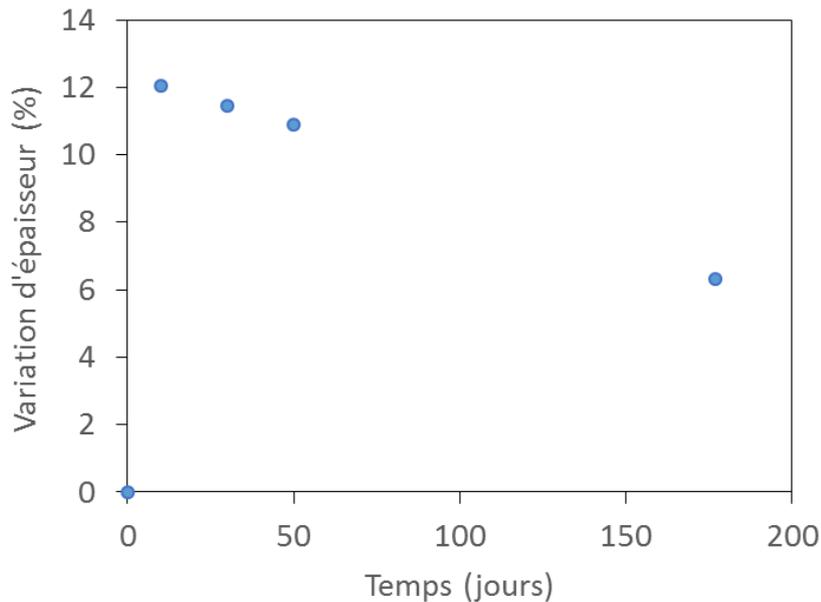


Figure 4.7 Variation des épaisseurs d'éprouvettes composites pendant le vieillissement

### **I.3.2.3 Influence du vieillissement hydrothermique sur le comportement mécanique du composite Nat**

L'effet du vieillissement hydrothermique sur les propriétés mécaniques des composites Nat a été caractérisé au travers d'essais quasi-statiques de flexion trois points et d'impact. Nous soulignons que ces essais sont réalisés à température ambiante sur des éprouvettes maintenues à l'équilibre hygroscopique de conditionnement. En effet, une fois que la durée de vieillissement souhaitée est atteinte, les éprouvettes sont retirées du bain, nettoyées au papier absorbant pour enlever la pellicule d'eau et placées dans des sachets sous vide.

#### **I.3.2.3.1 Influence du vieillissement hydrothermique sur les propriétés en flexion du composite Nat**

La Figure 4.8 ci-dessous présente une superposition des courbes de flexion trois points enregistrées sur le composite non vieilli et après vieillissement hydrothermique à 70 °C pendant 10, 30, 50 et 177 jours. On peut noter qu'au bout de 10 jours seulement, l'effet de cette exposition hydrothermique sur les propriétés en flexion est déjà très significatif. Ceci est visible au travers d'une baisse importante de la résistance et du module en flexion et d'une augmentation de la déformation. Ces changements peuvent être attribués à l'effet plastifiant de l'eau absorbée par le composite (Joseph et al., 2002 ; Rabii et al., 2015). Etant dans notre cas en présence d'une matrice hydrophobe, la baisse des propriétés observée serait essentiellement due à l'effet plastifiant de l'eau dans les fibres de lin. En effet l'eau se lie à des groupements hydroxyles principalement des hémicelluloses apportant ainsi une mobilité accrue au réseau macromoléculaire. Ce gain de mobilité conduit ainsi à une chute du module et de la résistance en flexion et à une augmentation de la déformation à rupture du composite. Une autre cause de la diminution des propriétés pourrait être la dégradation de l'interface fibre-matrice. En effet,

lorsque l'eau pénètre dans le composite, elle se fixe sur les groupes hydrophiles des fibres et établit avec ceux-ci des liaisons hydrogènes. Certaines liaisons (notamment les liaisons faibles) entre les fibres et la matrice sont ainsi rompues, ce qui conduit à une dégradation de l'interface fibre-matrice (Azwa et al., 2013). On note que les courbes des composites vieillis pendant 10, 30, 50 jours sont superposables, ce qui traduit la stabilité de certaines propriétés dans l'intervalle de 10 à 50 jours. Cependant, on remarque que la déformation du matériau diminue progressivement avec le temps. Cette diminution est davantage marquée pour les éprouvettes vieilles pendant 177 jours. Ceci pourrait s'expliquer par des modifications ayant lieu au sein de la matrice polypropylène, notamment au niveau de sa cristallinité.

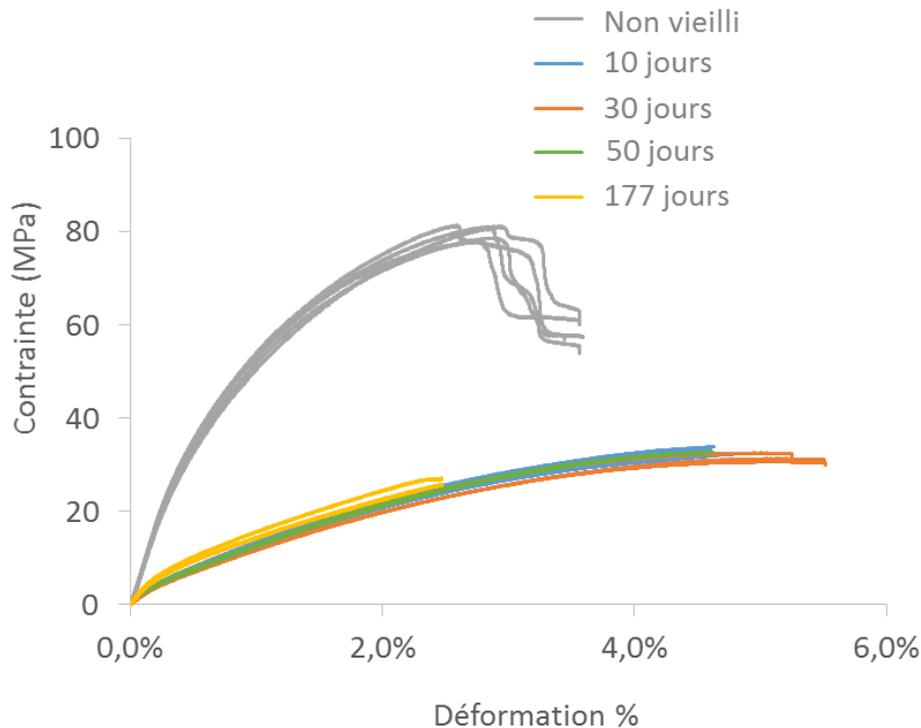


Figure 4.8 Courbes contrainte-déformation en flexion du composite Nat à différents temps de vieillissement hydrothermique

La Figure 4.9 ci-dessous met davantage en évidence l'influence du vieillissement hydrothermique sur les propriétés en flexion. On peut remarquer qu'au niveau du module en flexion, on passe d'une valeur de 8,2 GPa dans l'état non vieilli à une valeur de 1,7 GPa au bout de 10 jours de vieillissement, soit une perte d'environ 82%. Au niveau de la résistance en flexion, on passe d'une valeur de 80 MPa dans l'état non vieilli à une valeur de 33 MPa, au bout de 10 jours de vieillissement, soit une perte d'environ 59%. Pour ce qui est de la déformation à rupture, on passe d'un pourcentage de déformation de 2,8% pour les éprouvettes non vieilles à un pourcentage de déformation de 5% au bout de 10 jours de vieillissement. Entre 10 et 50 jours, on note que le module, la résistance en flexion et la déformation à rupture n'évoluent pratiquement plus. Cependant, on note un changement de comportement pour les composites vieillis pendant 177 jours. Entre 50 jours et 177 jours de vieillissement, le module en flexion, la résistance en flexion et la déformation à rupture passent respectivement d'environ

1,6 GPa à 2,3 GPa, (augmentation de 43%), d'environ 33 MPa à 27 MPa (baisse de 22%), et d'environ 4,7% à 2,6% (baisse de 81%). Ce changement de comportement pourrait s'expliquer par un changement sur le long terme, du taux de cristallinité dans le polypropylène, conduisant à un comportement fragile de ce dernier.

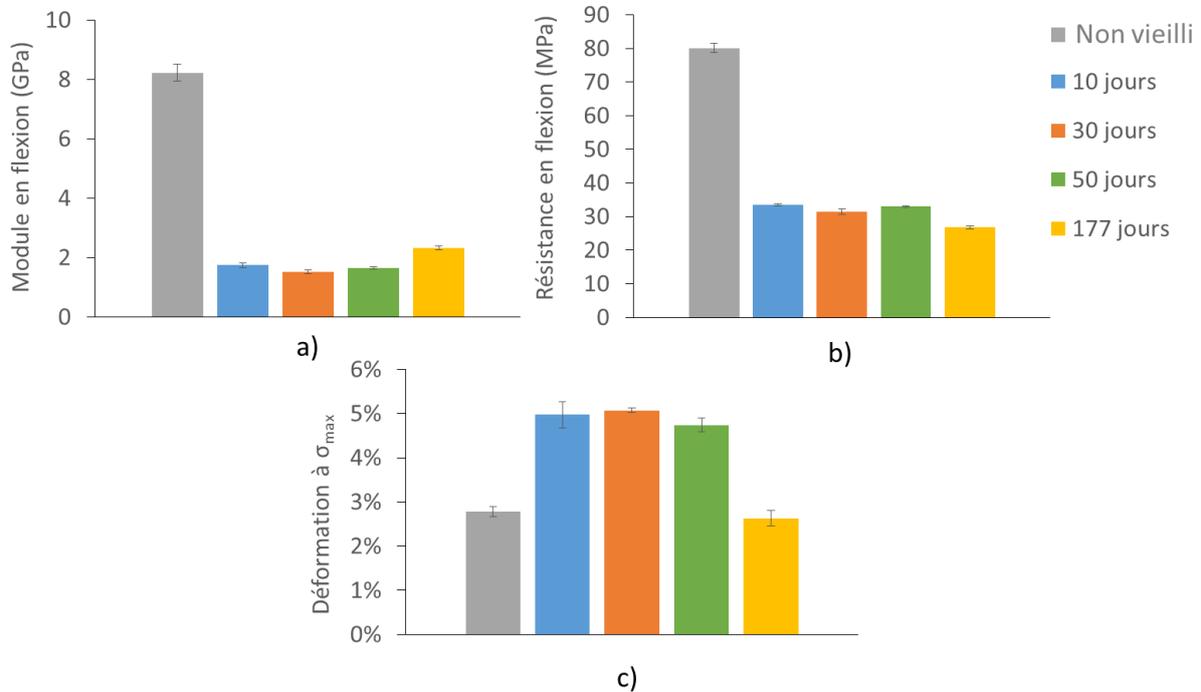


Figure 4.9 Evolution de la rigidité (a.), de la résistance (b.) et de la déformation à rupture (c.) du composite Nat au cours du vieillissement hydrothermique

La Figure 4.10 présente l'état des éprouvettes composites après flexion. On peut remarquer le blanchissement du polypropylène au niveau de la zone comprimée (Figure 4.10 a). En observant de plus près la zone, on observe un flambage des mèches de fibres de lin (Figure 4.10 b). Après vieillissement, ce flambage n'est plus présent (Figure 4.11). On note également que l'effet plastifiant de l'eau a donné lieu à des phénomènes de viscoélasticité matérialisés par la réversibilité dans le temps de la déformation du composite. On remarque, en effet, que les éprouvettes non vieilles gardent une courbure importante après l'essai (Figure 4.10), tandis que les éprouvettes vieilles se redressent progressivement jusqu'à un état quasi plat (Figure 4.11).

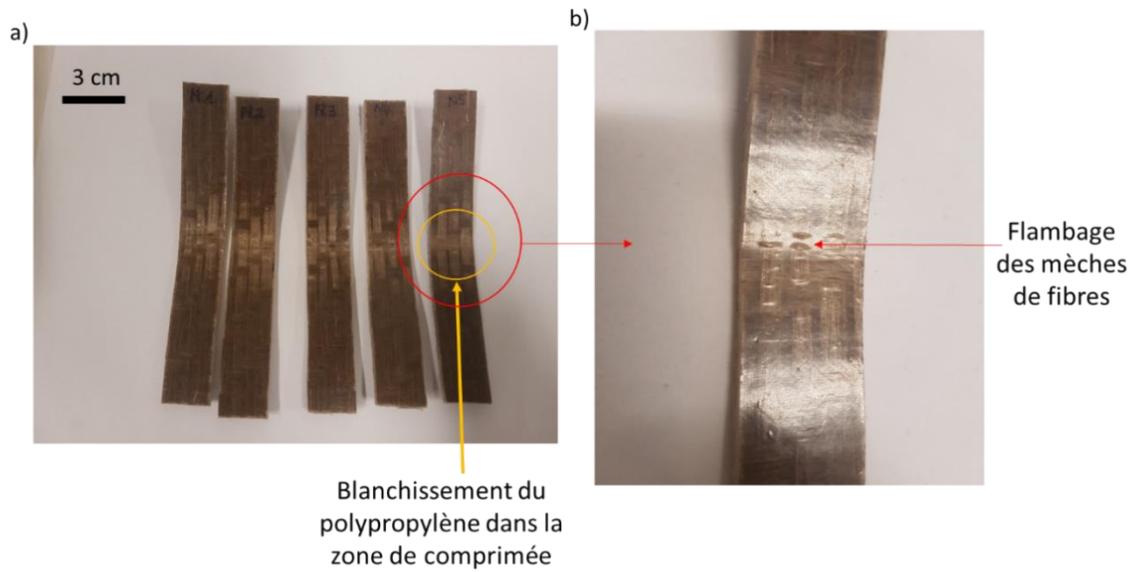


Figure 4.10 Eprouvettes composites non vieilles après flexion

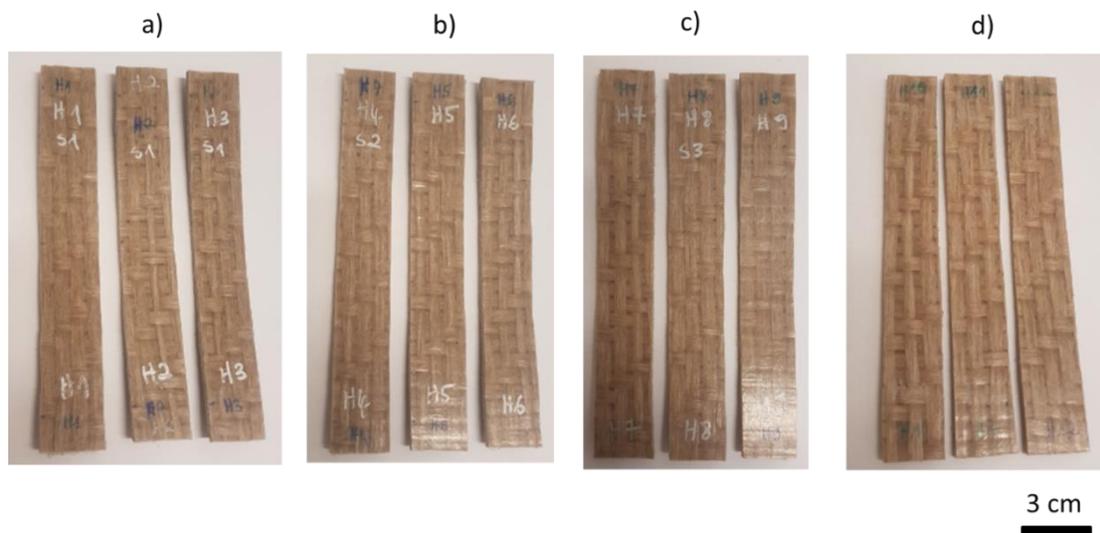


Figure 4.11 Etat après flexion des éprouvettes composites vieilles en immersion : a) 10 jours, b) 30 jours, c) 50 jours, d) 177 jours

### I.3.2.3.2 Influence du vieillissement hydrothermique sur les propriétés à l'impact

La Figure 4.12, ci-dessous, présente une superposition des courbes force-déplacement d'impact du composite non vieilli et du composite ayant subi un vieillissement hydrothermique pendant 10, 30, 50 et 177 jours. Chacune des courbes débute avec une pente correspondant au comportement élastique du matériau. On peut noter, qu'au bout de 10 jours, cette pente diminue par rapport à celle observée pour le matériau non vieilli. Entre 10 et 50 jours, cette pente n'évolue pratiquement plus. Ce constat rejoint l'observation qui a été faite dans la section

précédente sur l'évolution du module élastique en flexion du composite pendant le vieillissement.

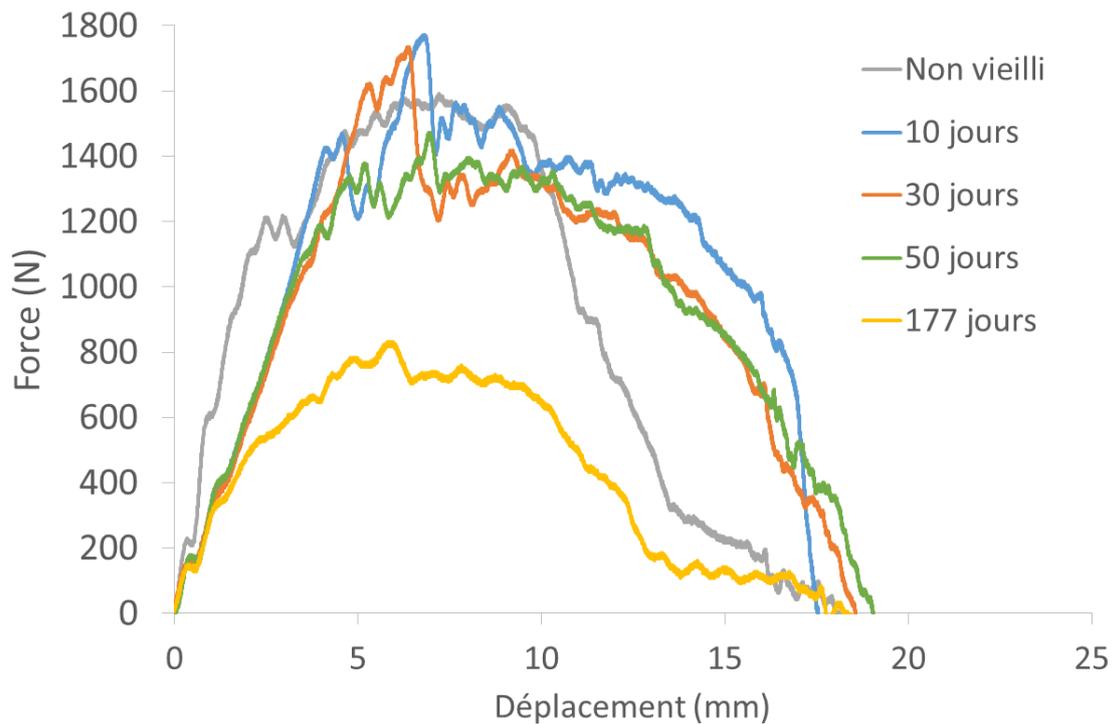


Figure 4.12 Courbes force-déplacement d'impact du composite Nat à différents temps de vieillissement hydrothermique

La Figure 4.13 ci-dessous montre l'évolution de la force maximale et de l'énergie d'impact durant le vieillissement hydrothermique. On note que la force maximale augmente légèrement (16%) entre 0 (non vieilli) et 10 jours puis décroît progressivement entre 10 et 177 jours. La perte enregistrée au bout de 177 jours de vieillissement est d'environ 51%. L'augmentation observée entre 0 et 10 jours pourrait s'expliquer par l'augmentation de la masse observée, et la diminution au-delà de 10 jours s'expliquerait par les dégradations (et la perte de masse observée).

De manière globale, l'énergie absorbée suit une évolution similaire à celle de la force maximale d'impact. Elle augmente légèrement entre 0 et 10 jours (18%) et décroît progressivement entre 10 et 177 jours jusqu'à une perte de 52%. L'augmentation de l'énergie d'absorption entre 0 et 10 jours pourrait s'expliquer par le fait que l'effet plastifiant de l'eau conduit à des déformations plus importantes du matériau et donc à une énergie absorbée plus élevée. Sa diminution progressive entre 10 et 177 jours s'expliquerait là encore par la dégradation progressive du matériau.

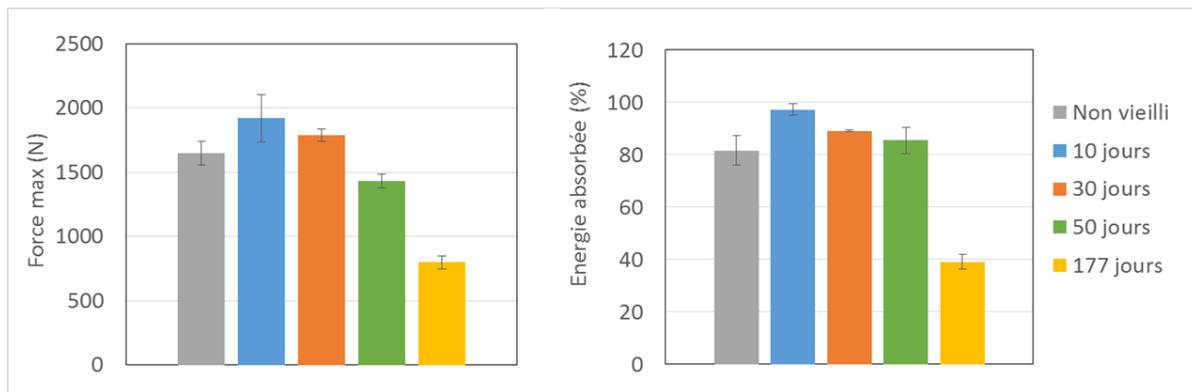


Figure 4.13 Evolution de la force maximale d'impact et de l'énergie absorbée du composite au cours du vieillissement hydrothermique

Les faciès de rupture après impact sur le composite sont présentés sur la Figure 4.14. En observant le faciès du composite non vieilli il est possible de noter que le matériau se fissure au niveau de la zone impactée en suivant la direction des fibres. Une observation similaire a été faite par Ramakrishnan et al. (Ramakrishnan et al., 2021). Certains mécanismes d'endommagement sont communs aux différentes durées de vieillissement. Il s'agit notamment de la rupture des fibres et de la fissuration matricielle. Ces mécanismes sont moins marqués sur les matériaux vieillis comparés au matériau non vieilli. Ceci pourrait s'expliquer par la plastification des fibres, et plus exactement par l'augmentation de leur déformabilité pouvant atténuer ainsi la rupture. On note néanmoins dans tous les cas la perforation du composite.

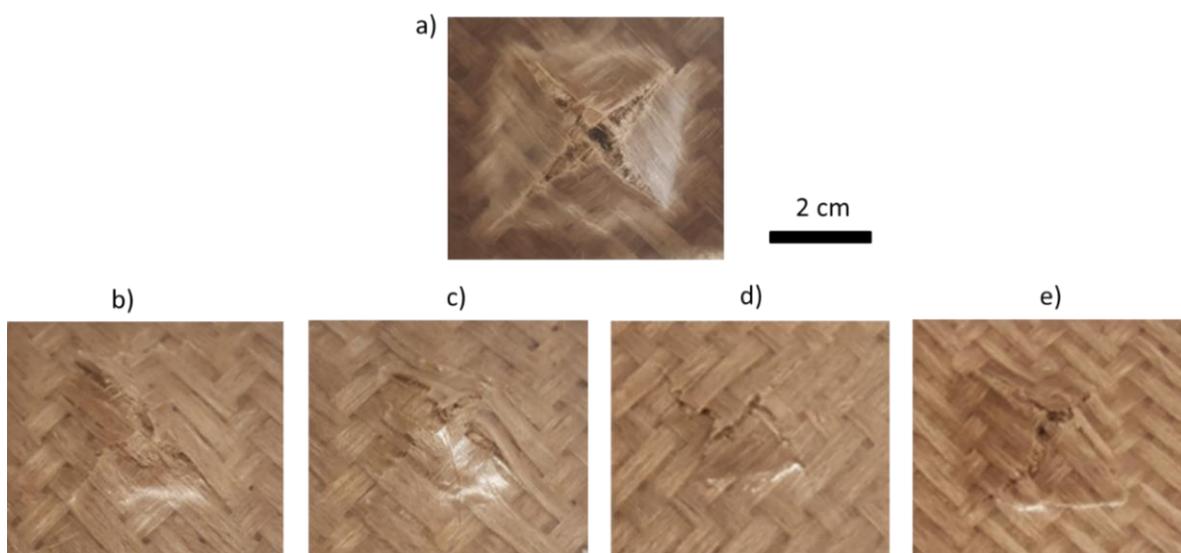


Figure 4.14 Faciès de rupture après impact sur composites : a) non vieilli, b) vieilli pendant 10 jours, c) vieilli pendant 30 jours, d) vieilli pendant 50 jours, e) vieilli pendant 177 jours

## **I.4 Influence du vieillissement hydrothermique sur l'hybride**

### **I.4.1 Influence du vieillissement hydrothermique sur l'aspect de l'hybride**

En faisant une analyse visuelle de l'effet du vieillissement en immersion sur l'hybride, on n'observe aucun changement au niveau des couches métalliques (Figure 4.15). Quant au composite du cœur, il est difficilement observable à cause de la présence des couches métalliques.

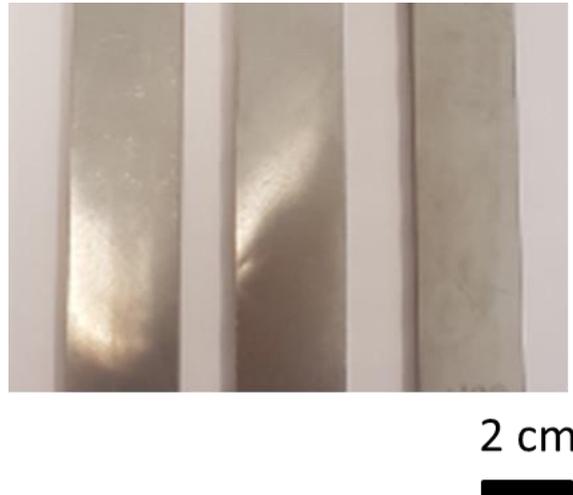


Figure 4.15 Aspect des éprouvettes hybrides pendant le vieillissement hydrothermique

### **I.4.2 Prise de masse**

La Figure 4.16 présente les courbes de prise de masse des éprouvettes de matériaux hybrides à géométries de type flexion et impact superposées avec celles des composites seuls. Sur la Figure 4.16.a, les courbes correspondent aux prises de masse mesurées. En considérant que seule la partie composite de l'hybride est responsable de l'absorption d'eau, un nouveau calcul de la prise de masse a été effectué en enlevant la masse des parties métalliques. Cette hypothèse a conduit à de nouvelles courbes de prise de masse (Figure 4.16.b) qui sont celles qui seront considérées dans la suite.

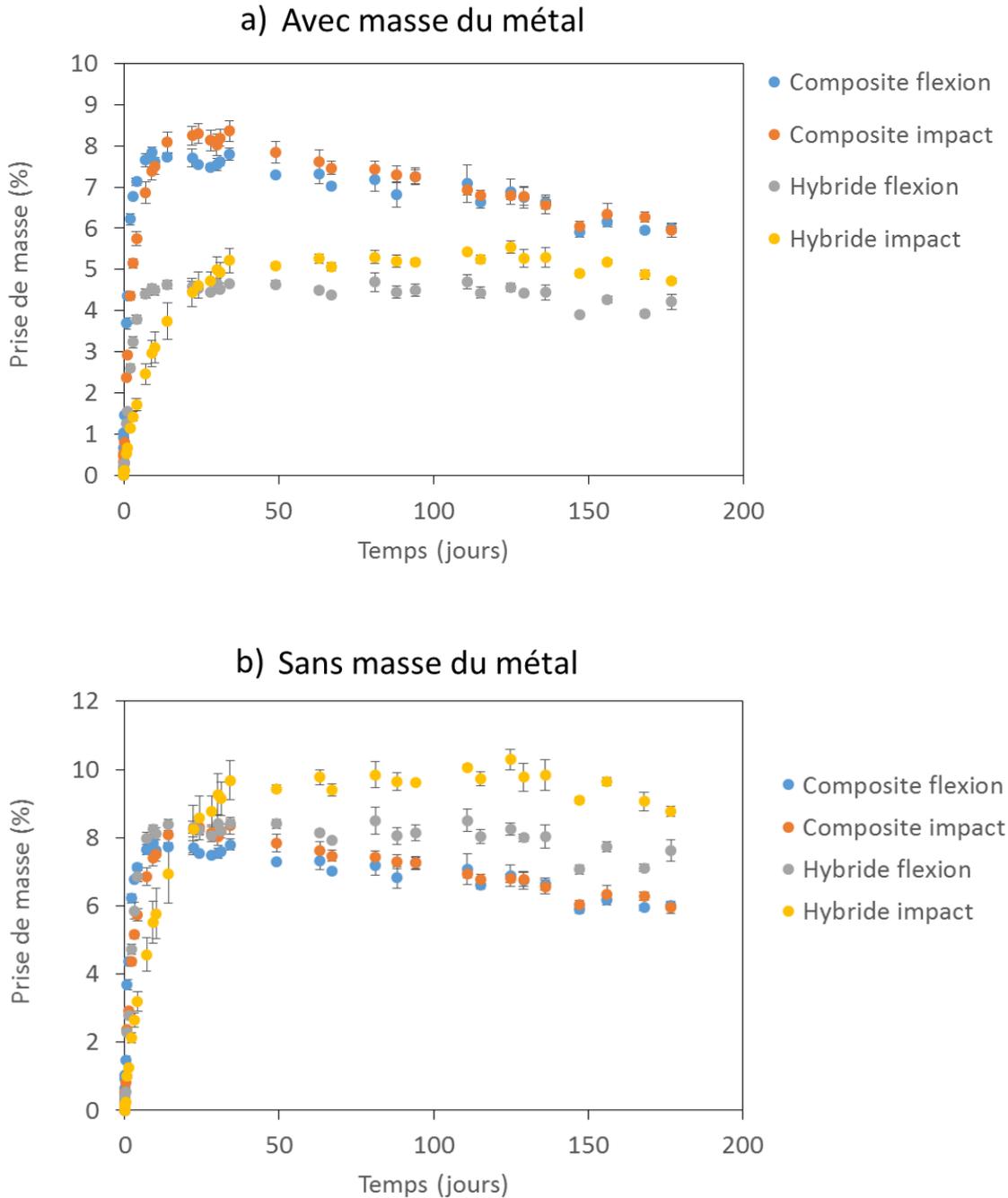


Figure 4.16 Superposition des courbes de prise de masse des échantillons hybrides et composites à géométrie type flexion et impact

En s'intéressant à l'évolution de la prise de masse des parties composite des hybrides sur la Figure 4.16.b, on note une première phase caractérisée par l'augmentation relativement rapide de la prise de masse qui s'étend entre 0 et 10 jours pour les éprouvettes à géométrie flexion et entre 0 et 34 jours pour les éprouvettes à géométrie impact. Cette augmentation est plus rapide dans le cas des géométries flexion en comparaison aux géométries impact, mais elle se stabilise plus tôt à une prise de masse d'environ 8,4%. Pour les géométries impact, elle se stabilise

lorsque la prise de masse est d'environ 9,7%. En comparant ces courbes à celles des composites seuls, on note que pour ces derniers, la chute de la prise de masse entre 50 et 177 jours est beaucoup plus prononcée. Ainsi pour les parties composites des hybrides, la perte de masse serait entravée par la présence des couches métalliques. La dégradation peut avoir lieu dans le composite mais la présence des peaux métalliques empêche le départ des particules de matière dégradée. Il est également possible que la présence des couches métalliques limite la dégradation du composite. Ce point mériterait des investigations supplémentaires dans le futur.

La Figure 4.17 présente la courbe d'évolution de l'épaisseur des hybrides au cours du vieillissement. La courbe d'évolution de l'épaisseur des composites est superposée sur le même graphique afin de pouvoir les comparer. On note une augmentation importante de l'épaisseur des hybrides entre 0 et 10 jours, d'environ 9,8%. Bien que cette augmentation soit importante, elle reste inférieure à celle constatée dans le cas des composites (12%). On note ensuite une légère augmentation de l'épaisseur de l'hybride entre 10 et 30 jours puis une stabilisation entre 30 et 50 jours. Dans ces mêmes intervalles, c'est une décroissance de l'épaisseur qui est observée dans le cas des composites. On note enfin qu'entre 50 et 177 jours, la variation d'épaisseur chute pour atteindre respectivement une valeur d'environ 7%, et 6,3% pour l'hybride et le composite. Ces résultats permettent de conclure qu'aussi bien dans le cas du composite que dans le cas de l'hybride, une dégradation du matériau est observée, mais cette dégradation est entravée dans le cas de l'hybride par la présence des couches métalliques.

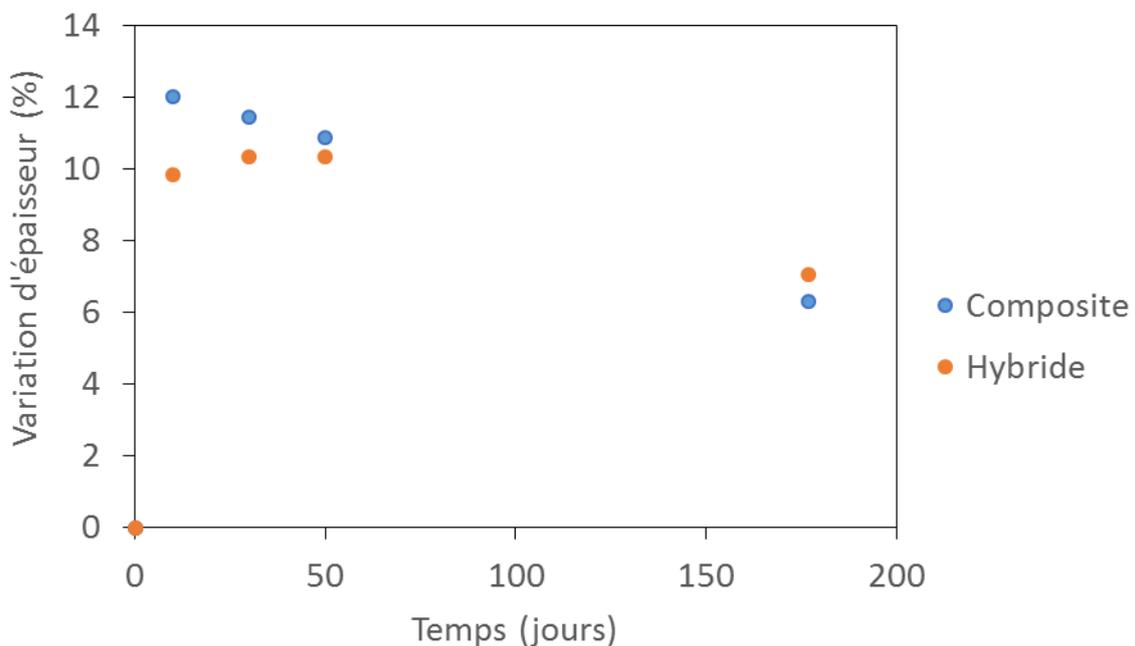


Figure 4.17 Variation des épaisseurs d'éprouvettes composites et hybrides pendant le vieillissement

### I.4.3 Influence du vieillissement hydrothermique sur les propriétés en flexion et à l'impact du matériau hybride

#### I.4.3.1 Influence sur les propriétés en flexion

La Figure 4.18 présente une superposition des courbes de flexion trois points enregistrées sur l'hybride Nat-2/1-0,2 non vieilli et après vieillissement hydrothermique pendant 10, 30 et 177 jours. Les courbes du matériau non vieilli débutent avec une première zone linéaire correspondant à la déformation élastique des couches métalliques et du composite du cœur. Cette première partie des courbes est suivie par un point d'inflexion qui marque la limite d'élasticité des couches métalliques (Ostapiuk & Surowska, 2018). Après cela vient une deuxième zone quasi-linéaire ayant une pente plus faible que la première. Elle progresse jusqu'à la contrainte maximale, qui est suivie de la rupture du matériau. Pour les matériaux vieillis, la zone de déformation linéaire est beaucoup moins étendue et contrairement au cas du matériau non vieilli, elle est suivie d'une zone adoucie juste avant la rupture. Les hybrides vieillis rompent ainsi plus rapidement que les hybrides non vieillis. Après 10 jours de vieillissement, la pente de la zone linéaire chute, puis elle ne varie presque plus entre 10 et 177 jours. La contrainte maximale chute également après 10 jours de vieillissement et elle varie très peu entre 10 et 177 jours (les variations de ces propriétés sont quantifiées plus bas).

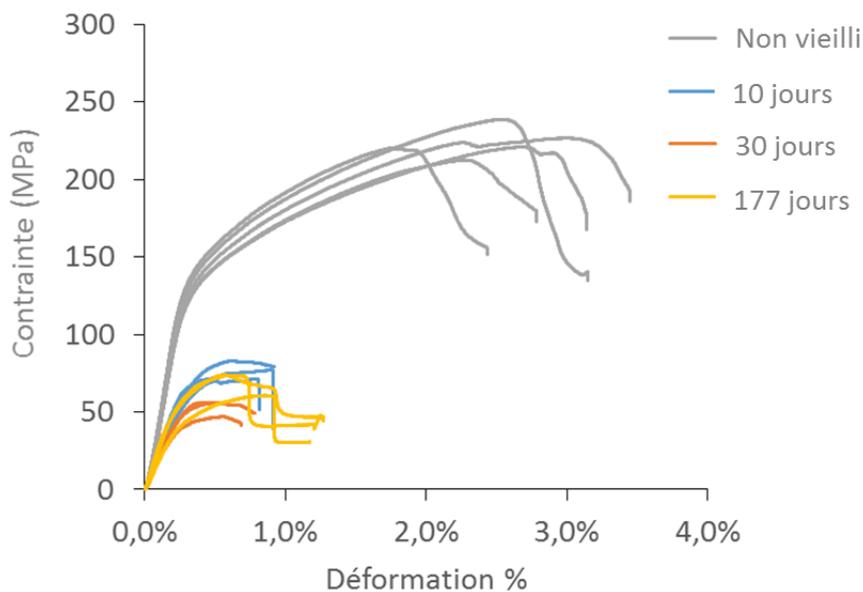


Figure 4.18 Courbes contrainte-déformation en flexion de l'hybride à différents temps de vieillissement hydrothermique

Contrairement à ce qui a été observé dans le cas du composite seul, on constate que les hybrides vieillis se déforment beaucoup moins que les hybrides non vieillis. Ce constat est confirmé en observant la Figure 4.19 qui présente l'état des éprouvettes après essais. En effet en observant les faciès de rupture, on note que le matériau non vieilli a pu se déformer de manière importante avant de rompre (Figure 4.19 a). De plus, au niveau de la zone de rupture on note que le métal

a subi un léger flambage en entraînant du composite dans sa déformation (Figure 4.19 a, Figure 4.20 a). Ceci montre que le film adhésif F2 assure une bonne adhésion entre le métal et le composite. Par contre, comme souligné ci-dessus, les hybrides vieillis se déforment très peu avant de rompre. Au niveau de la zone de rupture on note que le flambage du métal est suivi d'un délaminage à ces endroits. Ces différents points permettent de conclure que l'adhésion composite/métal assurée par le film a été fragilisée par le vieillissement hydrothermique. L'image MEB d'une zone délaminée sur une éprouvette vieillie pendant 30 jours est présentée sur la Figure 4.20 b et c. Il est possible de distinguer deux modes de rupture au niveau de l'interface. Une rupture adhésive matérialisée par les zones où la rupture se fait dans le film adhésif (zone 1 sur l'image), et une rupture cohésive matérialisée par les zones où la rupture se fait dans le composite (zone 2 sur l'image).

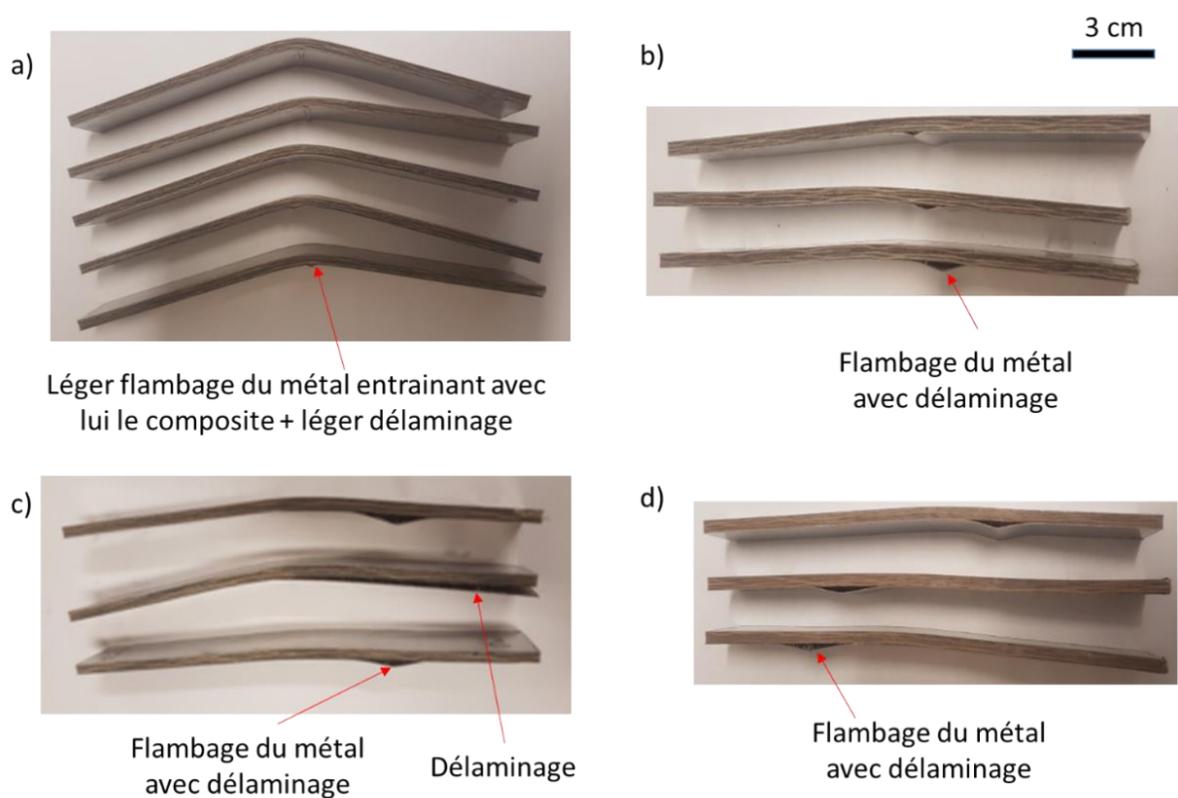


Figure 4.19 Etat des éprouvettes hybrides après flexion : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 177 jours

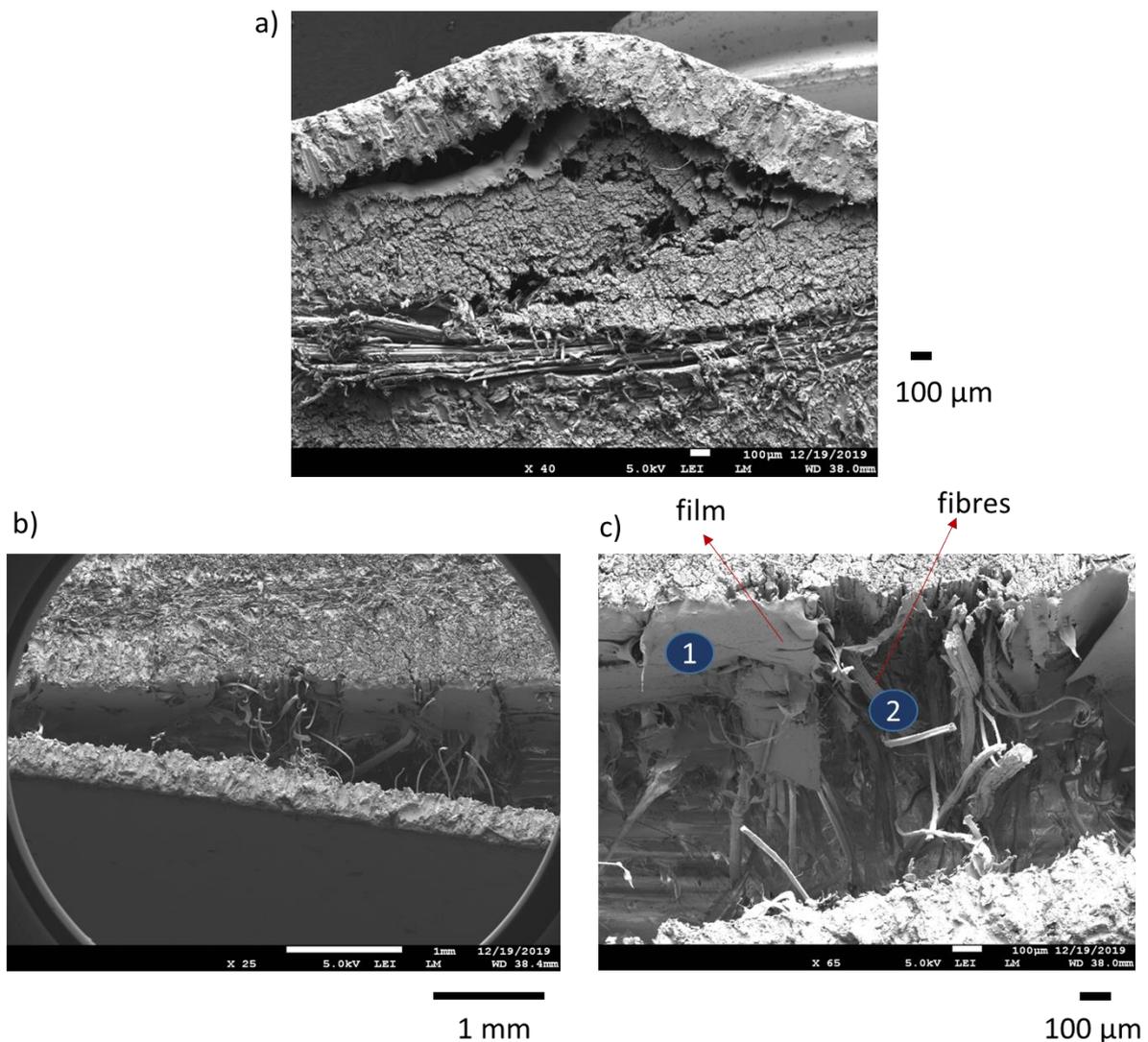


Figure 4.20 Images MEB sur éprouvettes hybrides après flexion : a) non vieillie, b) vieillie pendant 30 jours, c) zoom dans la zone délaminée de l'éprouvette vieillie pendant 30 jours

L'évolution du module, de la résistance et de la déformation à rupture en flexion de l'hybride pendant le vieillissement est présentée sur la Figure 4.21. Nous soulignons que les épaisseurs des hybrides varient au cours du vieillissement tel que présenté sur la Figure 4.17. Tout d'abord, on peut noter que le module et la résistance en flexion évoluent de manière similaire. Leurs valeurs chutent de manière importante entre 0 (non vieilli) et 10 jours (perte d'environ 52% et 66% respectivement pour le module et la résistance en flexion), ensuite une chute cette fois-ci légère, est observée entre 10 et 30 jours (perte d'environ 23% et 31% respectivement pour le module et la résistance en flexion), et enfin, une légère augmentation est observée entre 30 et 177 jours (augmentation d'environ 13% et 31% respectivement pour le module et la résistance en flexion). Les chutes de propriétés observées entre 0 et 30 jours peuvent être attribuées à l'endommagement de l'interface composite/métal. Pour ce qui est de la déformation à rupture, elle chute considérablement entre 0 et 10 jours (perte d'environ 72%) et n'évolue presque plus entre 10 et 177 jours. Cette chute pourrait s'expliquer par le fait que, dans le cas des hybrides vieillis on assiste pendant l'essai de flexion à un délaminage des couches métalliques, ce qui conduit à limiter la déformation à rupture.

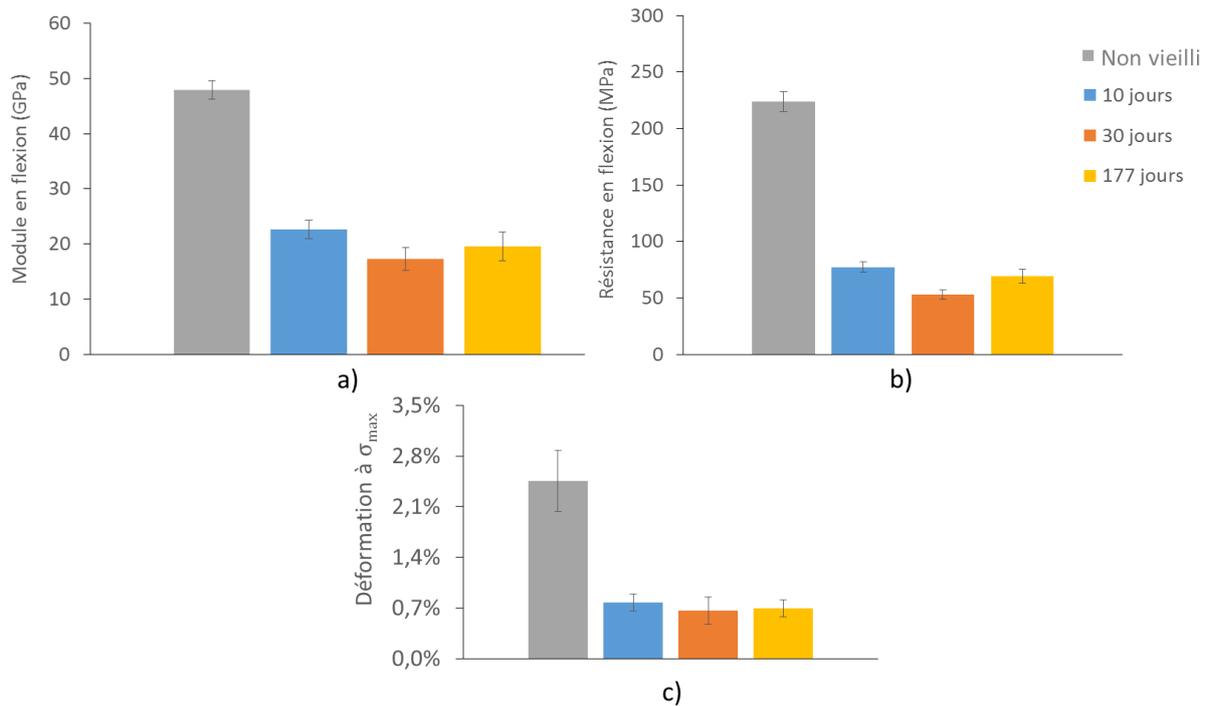


Figure 4.21 Evolution de la rigidité (a.), de la résistance (b.) et de la déformation à rupture (c.) de l'hybride au cours du vieillissement hydrothermique

### I.4.3.2 Influence sur les propriétés à l'impact

Une superposition des courbes force-déplacement d'essais d'impact réalisés sur hybrides non vieillis et vieillis en immersion pendant 10, 30, 50 et 177 jours est présentée sur la Figure 4.22. Contrairement aux propriétés en flexion des hybrides, on constate que les propriétés en impact évoluent très peu au cours du vieillissement.

Quoique les valeurs d'énergies absorbées dans les différents stades de vieillissement restent proches, on observe que l'énergie absorbée est légèrement plus importante pour les matériaux vieillis pendant 177 jours (Figure 4.23). En observant les faciès de rupture sur la Figure 4.24, on note une déformation plus prononcée du matériau pour les longues durées. Ainsi, comme observé dans le cas des composites, l'effet plastifiant de l'eau conduit à des déformations plus importantes du composite.

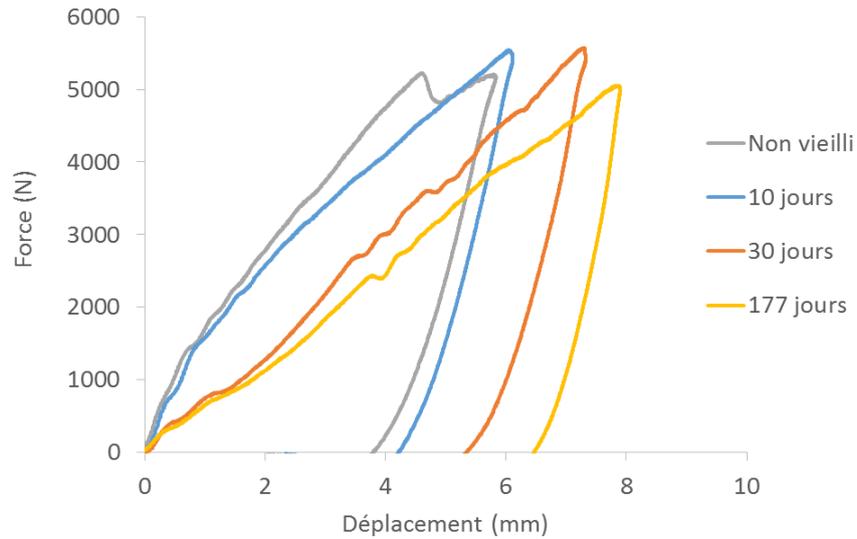


Figure 4.22 Courbes force-déplacement d'impact de l'hybride à différents temps de vieillissement hydrothermique

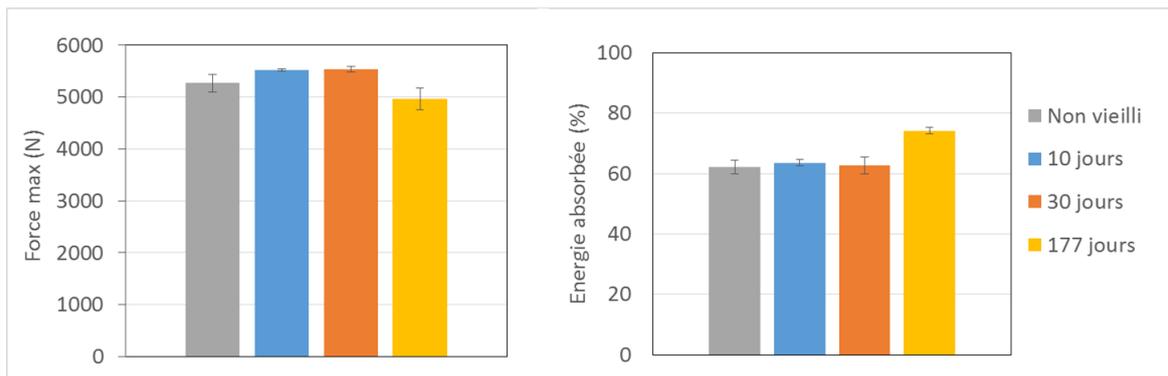


Figure 4.23 Evolution de la force maximale d'impact et de l'énergie absorbée de l'hybride au cours du vieillissement hydrothermique

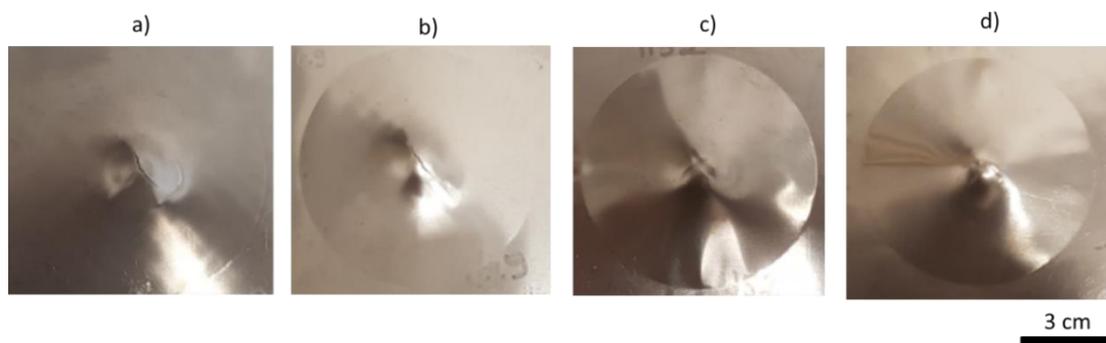


Figure 4.24 Faciès de rupture après impact sur hybrides : a) non vieilli, b) vieilli pendant 10 jours, c) vieilli pendant 30 jours, d) vieilli pendant 177 jours

Cette étude portant sur le vieillissement hydrothermique des composites Nat et des hybrides Nat-CS-2/1-0,2 à 70 °C, a permis de constater que leurs propriétés en flexion sont très affectées par le vieillissement. Dans le cas des composites Nat, l'eau joue un effet plastifiant sur les fibres de lin, et conduit ainsi à une chute importante des propriétés en flexion au bout de seulement 10 jours. Cette chute de propriétés serait également la conséquence d'un endommagement des interfaces fibre-matrice. Dans le cas des hybrides, des observations microscopiques ont montré que l'endommagement de l'interface composite/métal est l'une des causes de la chute des propriétés en flexion. Pour ce qui est des propriétés à l'impact du composite, elles sont légèrement améliorées dans les 10 premiers jours puis elles chutent progressivement. Les propriétés à l'impact de l'hybride sont quant à elles très peu affectées. Au niveau du composite, au-delà de 10 jours de vieillissement, l'épaisseur du composite diminue progressivement, traduisant ainsi la dégradation du matériau. Au sein de l'hybride cette dégradation est atténuée par la présence des couches métalliques. Dans la section suivante nous nous intéresserons au vieillissement thermique de ces matériaux.

## II. Vieillissement thermique

### II.1 Protocole

Cette méthode de vieillissement a été choisie afin d'évaluer l'influence de la température sur les matériaux étudiés. Les essais de vieillissement thermique ont été réalisés dans une étuve à une température de 120 °C (Figure 4.25). La température d'essai a été choisie bien au-dessus de l'ambiante afin d'accélérer les mécanismes de dégradation du matériau, tout en restant en dessous de la température de dégradation des fibres et de la matrice pris séparément. Des petits échantillons de 20 x 20 mm<sup>2</sup> ont tout d'abord été vieillis, les uns découpés au jet d'eau et les autres découpés au laser. Les détails sur les différents coupons sont donnés dans le Tableau 4.4.

Durée de vieillissement	Matériau	Mode de découpe	Nombre de coupons
79 jours	Composite	Jet d'eau	2
79 jours	Composite	Laser	2

Tableau 4.4 Durées de vieillissement et caractéristiques des coupons vieillis thermiquement

Les grandes éprouvettes soumises à ce vieillissement sont des composites Nat et des hybrides Nat-CS-2/1-0,2. Leur forme et leurs dimensions ont été choisies de même que précédemment de manière à pouvoir réaliser des tests mécaniques de type flexion et impact après vieillissement. Les éprouvettes de flexion sont de dimension 170 x 25 mm<sup>2</sup> et celles d'impact sont de dimensions 100 x 100 mm<sup>2</sup>. Les durées de vieillissement considérées sont données dans le Tableau 4.5.

Durée de vieillissement	Type d'essai	Nombre d'éprouvettes Composite Nat	Nombre d'éprouvettes Hybride Nat-CS-2/1-0,2
<b>Non vieilli</b>	Flexion	5	5
	Impact	5	5
<b>10 jours</b>	Flexion	3	3
	Impact	3	3
<b>30 jours</b>	Flexion	3	3
	Impact	2	3
<b>50 jours</b>	Flexion	3	3
	Impact	3	3
<b>252 jours</b>	Flexion	3	3
	Impact	3	3

Tableau 4.5 Durées de vieillissement et caractéristiques des éprouvettes vieilles thermiquement



Figure 4.25 Etuve utilisée pour le vieillissement thermique

## II.2 Influence du vieillissement thermique sur le composite Nat

### II.2.1 Essais préliminaires

Tout comme dans le cas du vieillissement hydrothermique, cette étude a tout d'abord été menée sur des coupons de dimensions 20 x 20 mm<sup>2</sup>. La Figure 4.26 a présente les échantillons découpés au jet d'eau et la Figure 4.26 b, ceux découpés au laser. En observant les échantillons vieillis, on remarque que le vieillissement thermique entraîne un changement d'aspect inattendu. Les coupons jaunissent, et le processus est plus rapide dans le cas des échantillons découpés au jet d'eau, ce qui laisse croire que l'eau aurait un effet accélérateur sur le phénomène.

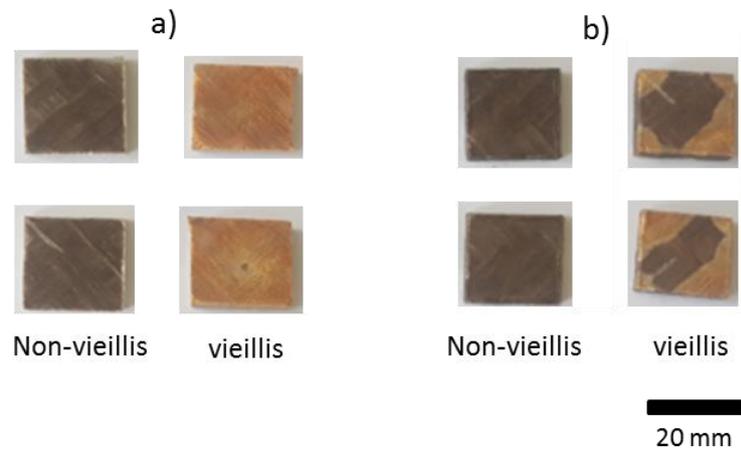


Figure 4.26 Etat des coupons avant et après vieillissement thermique pendant 79 jours environ : a) échantillons découpés au jet d'eau, b) échantillons découpés au laser

Afin de mieux comprendre le changement d'aspect observé sur les coupons, des éprouvettes plus grandes (100 x 100 mm<sup>2</sup>) ont été soumises aux mêmes conditions de vieillissement.

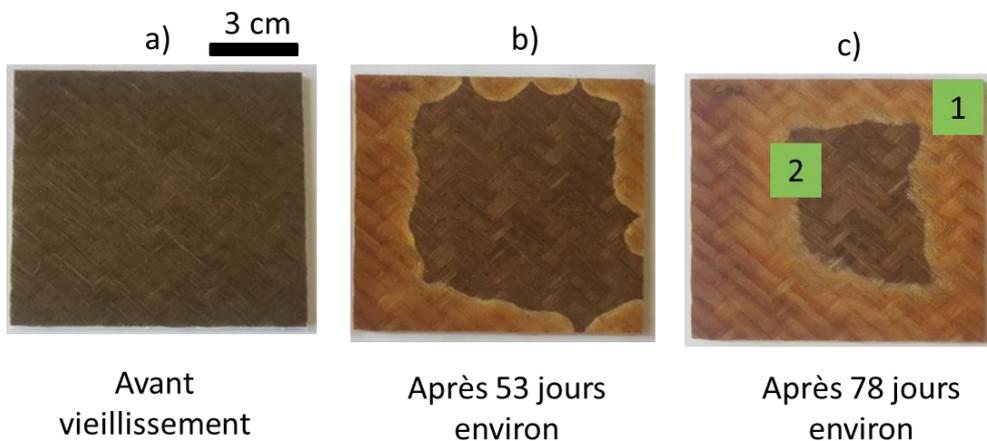


Figure 4.27 Evolution de l'aspect physique d'une éprouvette de dimensions 100 x 100 mm<sup>2</sup> pendant le vieillissement thermique : a) non vieilli, b) vieilli pendant 53 jours, c) vieilli pendant 78 jours

La Figure 4.27 présente l'évolution de l'aspect d'une de ces éprouvettes. On constate que le même changement d'aspect est visible et évolue principalement des bords vers le centre. Toujours dans l'optique de mieux comprendre le phénomène, des coupons ont été prélevés sur les zones 1 et 2 tel qu'indiqué sur la Figure 4.27 c, et ils ont ensuite été observés au microscope opto-numérique et au MEB (Figure 4.28 et Figure 4.29).

L'image MEB de la Figure 4.28 permet de constater que la matrice polypropylène a été fragilisée par le vieillissement. Elle est parsemée de fissures. En observant la Figure 4.29, on note que les fissures s'arrêtent lorsqu'on évolue vers les zones non-jaunies (zone A). Ceci montre que les fissures se localisent essentiellement au niveau des zones jaunies (zone B).

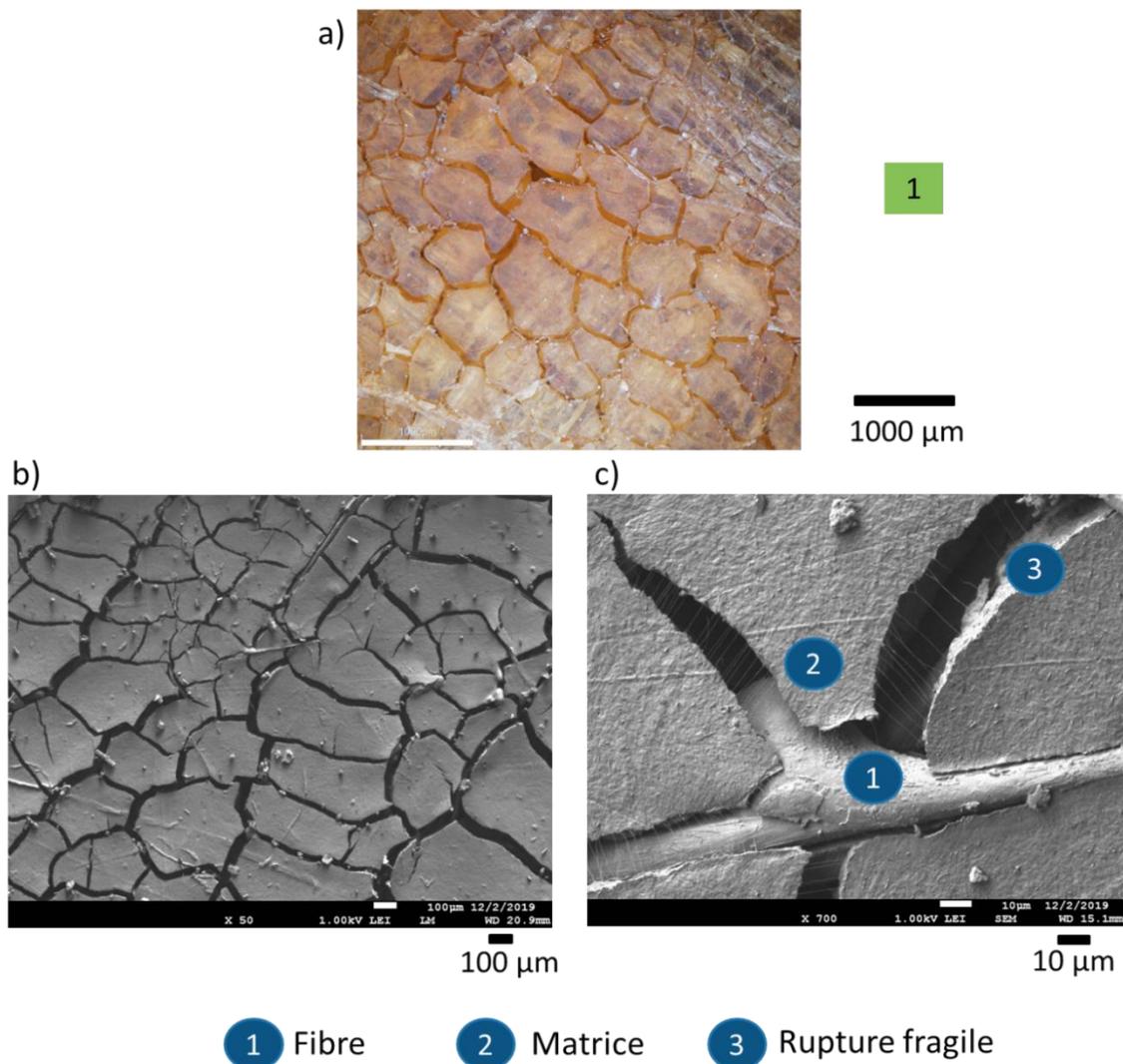


Figure 4.28 Images prises sur la zone 1 de l'éprouvette composite vieillie pendant 78 jours :  
a) image du microscope opto-numérique, b) image MEB, c) image MEB, zoom sur zones fissurées

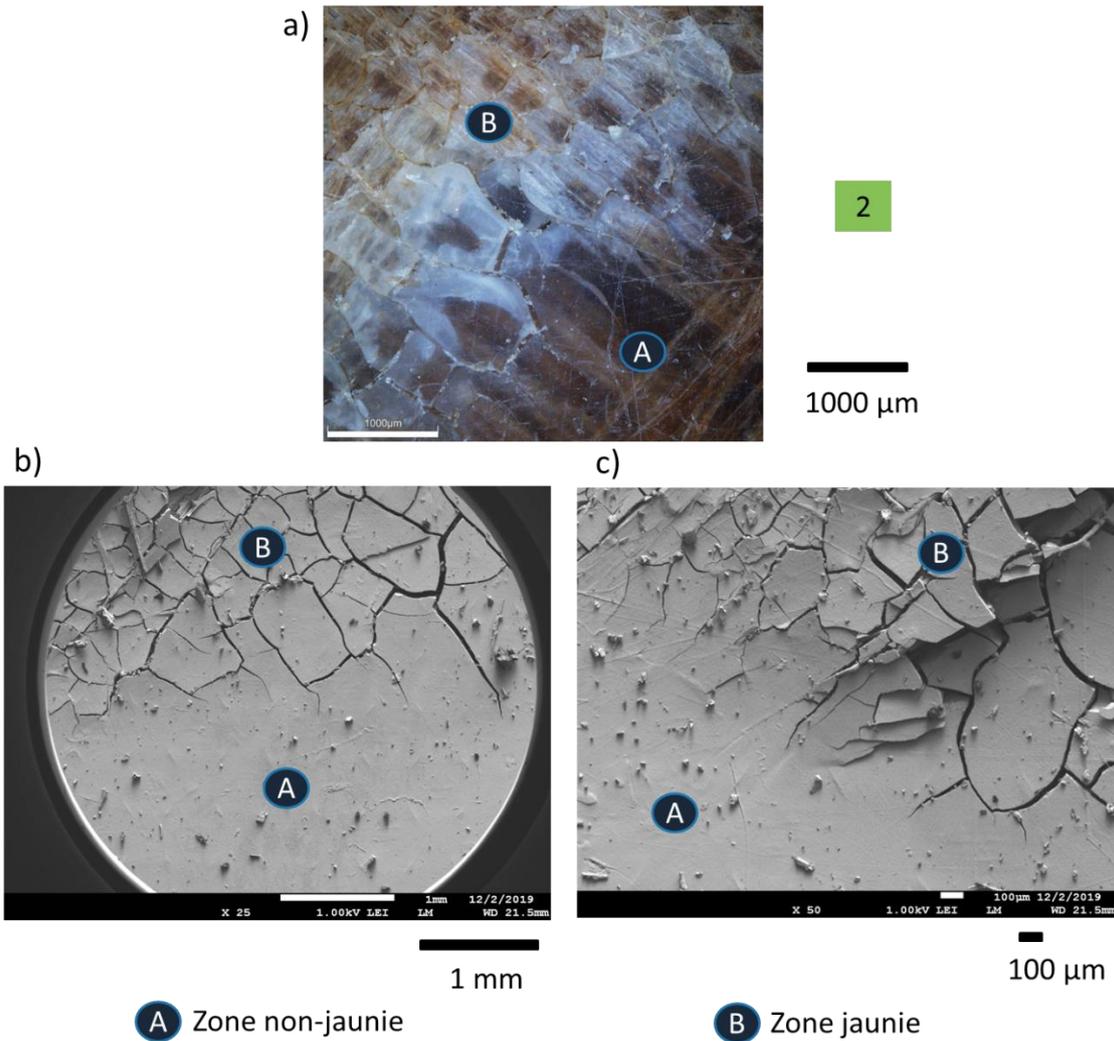


Figure 4.29 Images prises sur la zone 2 de l'éprouvette composite vieillie pendant 78 jours :  
a) image du microscope opto-numérique, b) et c) images MEB

## II.2.2 Essais sur éprouvettes dédiées aux essais mécaniques

### II.2.2.1 Influence du vieillissement thermique sur l'aspect du composite Nat

La Figure 4.30 présente l'évolution de l'aspect physique des éprouvettes composites Nat pendant le vieillissement sur des durées correspondantes à 10, 30, 50 et 252 jours. On constate le même phénomène observé sur les coupons. Ici, il est possible d'observer l'évolution des zones jaunies avec le temps. Leur nombre ainsi que leur surface augmentent avec la durée du vieillissement. Pour les éprouvettes vieilles pendant 252 jours, le jaunissement est généralisé.

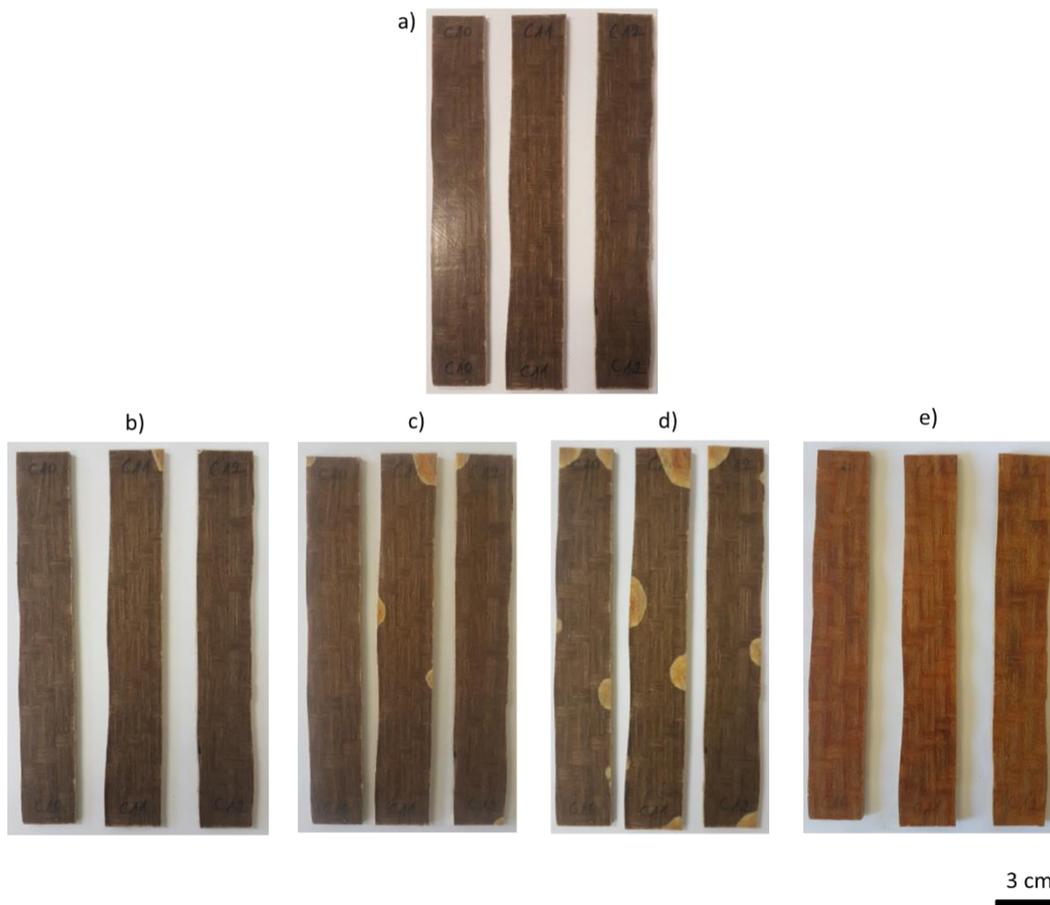


Figure 4.30 Evolution de l'aspect physique des éprouvettes composites pendant le vieillissement thermique : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 50 jours, e) vieilles pendant 252 jours

Afin de vérifier si la présence des fibres de lin est responsable de ce phénomène, le polypropylène seul a été exposé au même environnement. L'évolution de son aspect physique est présentée sur la Figure 4.31. Il est possible de constater que le même phénomène se produit. Par ailleurs, au niveau des zones jaunies, le matériau est friable, on y observe notamment plusieurs microfissures. On a ainsi pu conclure que les fibres de lin ne sont pas responsables de ce jaunissement. Des essais de chromatographie réalisés sur la matrice polypropylène, ont révélé un indice de polydispersité de 5, traduisant une faible dispersion de la longueur des chaînes des molécules au sein du polymère. Par ailleurs, des analyses infrarouges ont été réalisées à la surface d'un composite non vieilli, et à la surface de la zone claire et jaunie du polypropylène de la Figure 4.31.d vieilli pendant 57 jours. Les bandes d'absorption obtenues sont représentées sur la Figure 4.32.

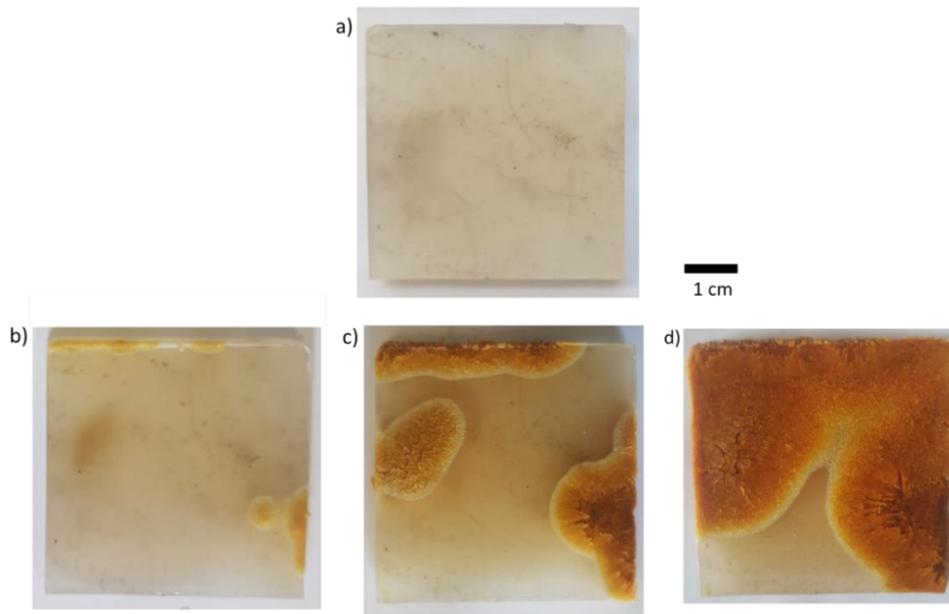


Figure 4.31 Evolution de l'aspect physique du polypropylène seul pendant le vieillissement thermique : a) non vieilli, b) vieilli pendant 11 jours, c) vieilli pendant 40 jours, d) vieilli pendant 57 jours

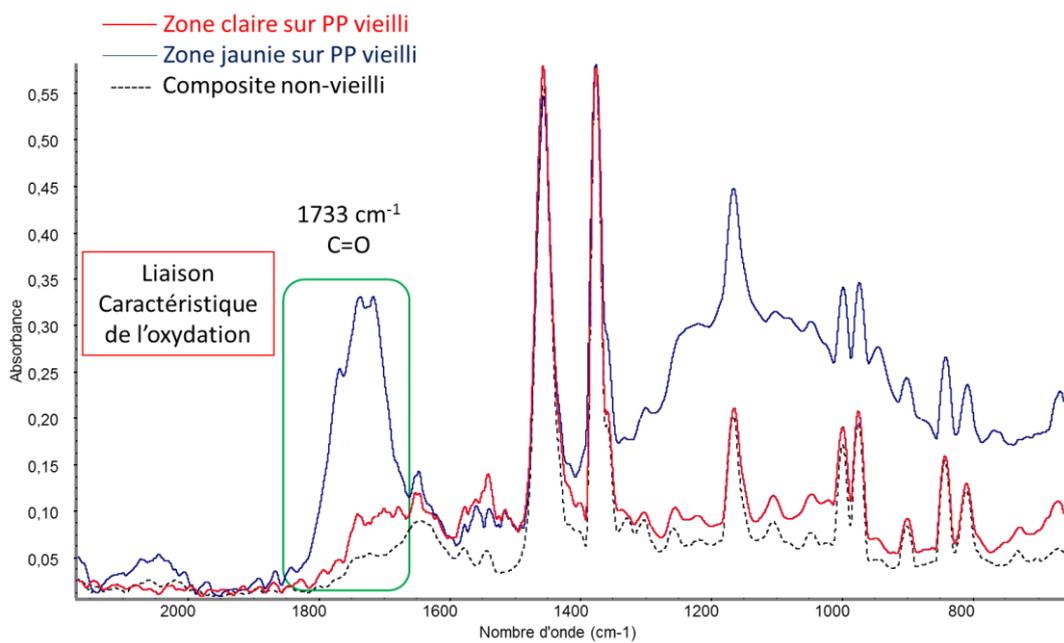


Figure 4.32 Bandes d'absorbance du composite non vieilli, de la zone claire et jaunie du polypropylène vieilli

On peut noter sur la Figure 4.32 que les bandes d'absorbance du composite non vieilli et de la zone claire du polypropylène vieilli sont similaires. Par contre, celle de la zone jaunie laisse apparaître une bande supplémentaire à  $1733\text{ cm}^{-1}$  caractéristique du groupe carbonyle C=O. D'après la littérature, cela est lié à un phénomène d'oxydation (Colin et al., 2007 ; El-Mazry et al., 2013 ; Fayolle et al., 2002). Ainsi sous l'effet de la température, le PP s'oxyde et donne lieu

à la formation de groupements carbonyles. D'après Krauklis (Krauklis, 2018), ces groupements se forment après scission de chaînes suite à l'oxydation. Pour une expérience à 130 °C à l'air sur un film de polypropylène, Fayolle et al. (Fayolle et al., 2002) ont constaté une nucléation des tâches entre 67 et 96 jours. Dans une autre étude, Fayolle et al. (Fayolle et al., 2008) ont montré qu'en plus de la température, la pression d'oxygène dans l'air joue également un grand rôle dans l'accélération de la thermo-oxydation du polypropylène. En effet, pour une exposition de fibres de polypropylène à l'ambiante à 110 °C, les auteurs constatent que le temps d'induction de l'oxydation est d'environ 21 jours, tandis que pour une exposition dans une pression d'oxygène de 5 MPa à 80 °C, ils constatent que la période d'induction est dix fois inférieure à celle de la première condition. Autrement dit, à 80 °C, l'oxydation se produit beaucoup plus rapidement qu'à 110 °C à cause de la différence de pression d'oxygène dans l'atmosphère. D'après Fayolle et al. (Fayolle et al., 2006), le temps d'induction et le taux d'apparition des groupements carbonyle varient de manière pseudo-hyperbolique avec la pression d'oxygène. Concernant la cinétique du phénomène, Fayolle et al. (Fayolle et al., 2002) ont montré qu'elle est bien simulée par le modèle cinétique de « propagation infectieuse ». Le principe de ce modèle est que la propagation infectieuse peut être traitée comme un événement statistique et est donc définie par la probabilité qu'une zone infectée transmette son infection à l'un de ses voisins les plus proches (George et al., 2001).

### II.2.2.2 Perte de masse

La Figure 4.33 présente la courbe de perte de masse des composites Nat pour les géométries flexion et impact. De même que dans le cas du vieillissement hydrothermique, les courbes des deux géométries d'éprouvettes suivent une même tendance. On note une première phase qui s'étend entre 0 et 2 jours environ et qui se caractérise par une chute rapide d'environ 2% et 1,7% de la masse respectivement pour les géométries flexion et impact. Cette première phase correspond essentiellement au séchage des éprouvettes. On note ensuite une deuxième phase caractérisée par une perte progressive de la masse entre 2 et 50 jours environ, perte qui atteint une valeur de 2,8% et 3% environ respectivement pour les géométries flexion et impact. Une troisième phase est visible entre 50 et 115 jours environ. Elle est marquée par une chute relativement rapide de la masse et se termine sur une perte de masse d'environ 8,7% et 8% respectivement pour les géométries flexion et impact. Une quatrième phase est ensuite visible entre 115 et 156 jours environ où de nouveau la perte de masse se fait de manière progressive et atteint une valeur d'environ 9,8% et 9,4% respectivement pour les géométries flexion et impact. Cette phase aboutit sur un plateau qui s'étend entre 156 et 177 jours. On note enfin une cinquième phase entre 177 et 252 jours où la masse chute de nouveau, jusqu'à une perte de masse d'environ 11% et 10,9% respectivement pour les géométries flexion et impact. Comme cela a été constaté plus haut, l'oxydation rend le matériau fragile et friable, et entraîne ainsi des pertes de matière. La Figure 4.30 montre qu'au bout de 10 jours l'oxydation a déjà débuté, et elle évolue progressivement entre 10 et 50 jours. Au bout de 252 jours, elle est généralisée sur toute l'éprouvette, donc elle a continué d'évoluer entre 50 et 252 jours. La deuxième phase entre 2 et 50 jours correspondrait à la fin du séchage, et au début de la dégradation du matériau

causée par l'oxydation. Les troisième, quatrième et cinquième phases (50 à 252 jours) correspondraient à une dégradation prononcée du matériau causée par l'oxydation.

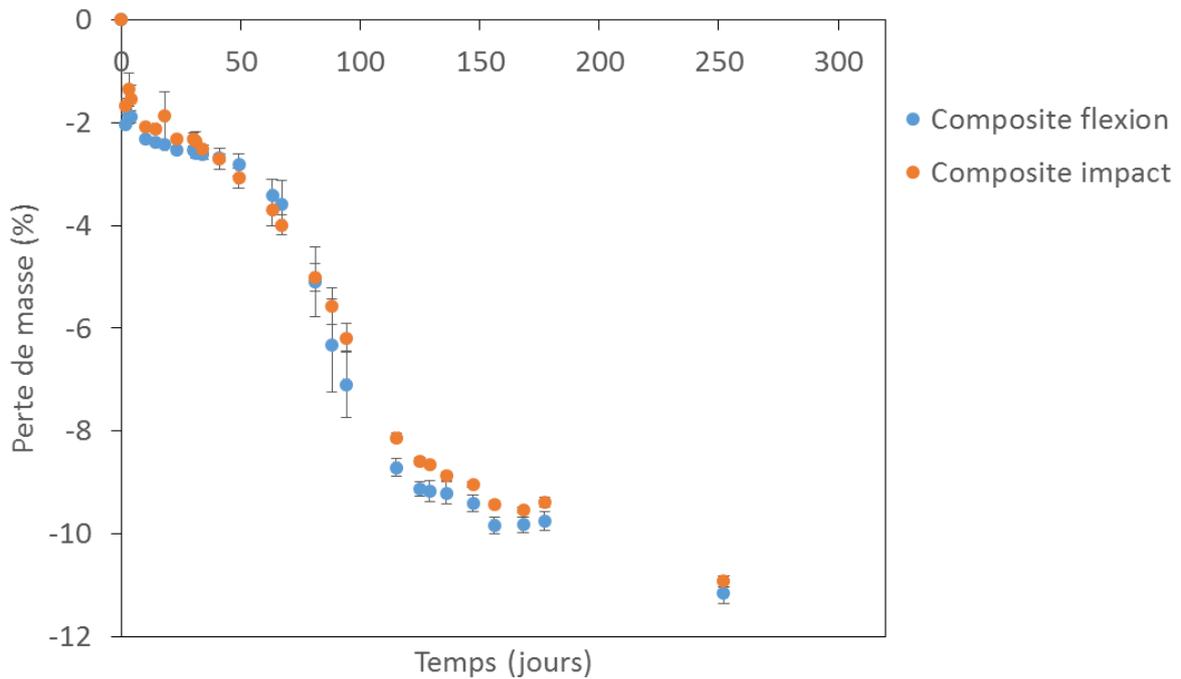


Figure 4.33 Courbes de perte de masse des composites Nat pendant le vieillissement thermique

### II.2.2.3 Influence du vieillissement thermique sur les propriétés en flexion et à l'impact

#### II.2.2.3.1 Influence sur les propriétés en flexion

La Figure 4.34 ci-dessous présente une superposition des courbes de flexion trois points obtenues pour le composite non vieilli et vieilli thermiquement à 120 °C pendant 10, 30, 50 et 252 jours. Ces essais mécaniques ont été réalisés à température ambiante. Il est possible d'observer que la pente à l'origine varie peu entre 0 (non vieilli) et 50 jours de vieillissement, puis elle diminue légèrement après 252 jours. Après 10 jours, la contrainte maximale chute, puis elle se stabilise entre 10 et 50 jours. Entre 50 et 252 jours, elle chute de nouveau de manière plus importante. La déformation à la rupture chute également après 10 jours puis elle évolue très peu entre 10 et 50 jours. Au bout de 252 jours, elle chute de nouveau.

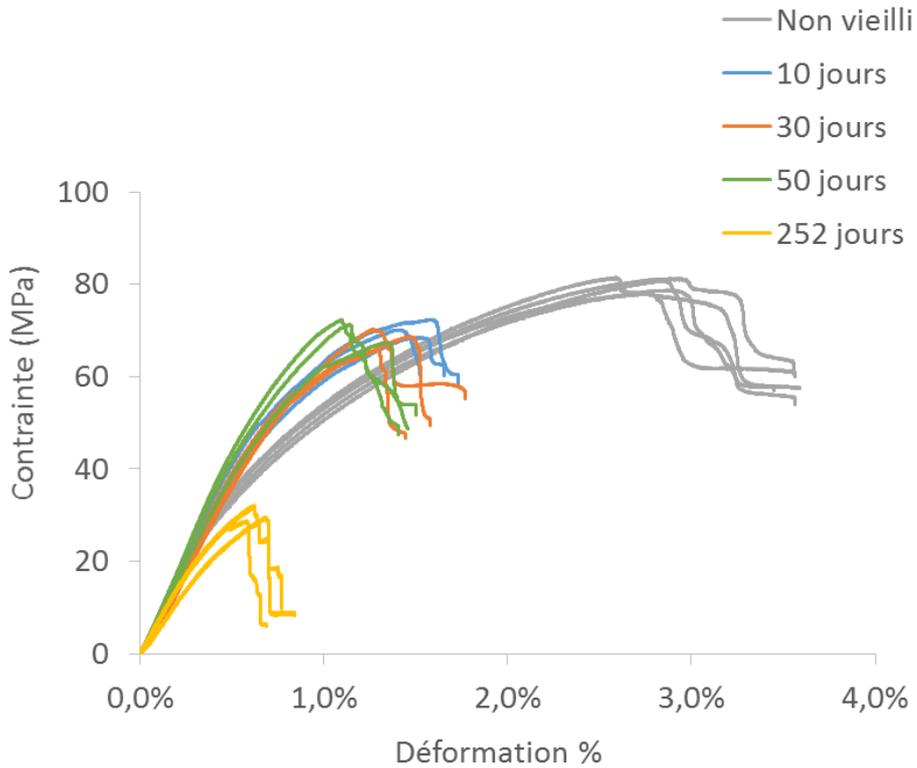


Figure 4.34 Courbes contrainte-déformation en flexion du composite Nat à différents temps de vieillissement thermique

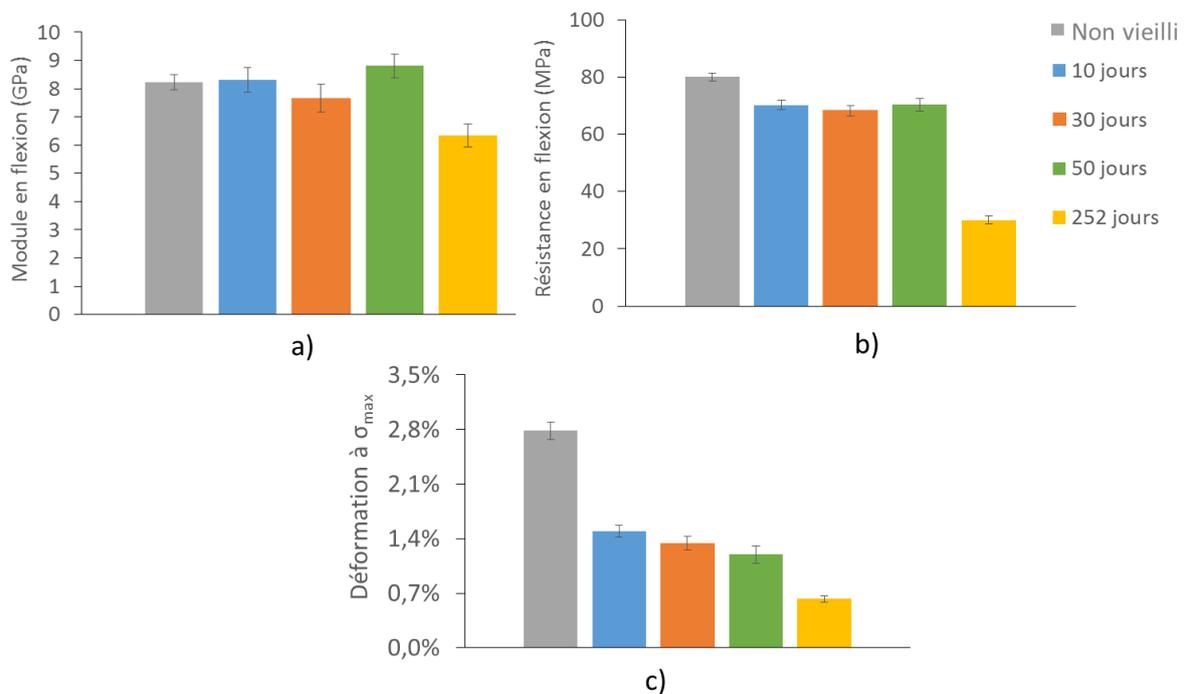


Figure 4.35 Evolution de la rigidité (a.), de la résistance (b.) et de la déformation à rupture (c.) du composite Nat au cours du vieillissement thermique

L'évolution du module et de la résistance en flexion du composite pendant le vieillissement thermique est présentée sur la Figure 4.35. On note que la valeur du module en flexion évolue très peu entre 0 et 50 jours. Au bout de 252 jours, elle subit une chute d'environ 23% par rapport au module initial. Concernant la résistance en flexion, elle chute d'environ 13% après 10 jours, puis elle reste pratiquement stable entre 10 et 50 jours. Cependant, après 252 jours on note une chute considérable d'environ 62% par rapport à la résistance en flexion initiale. Au niveau de la déformation, on observe une chute importante d'environ 46% au bout 10 jours, puis une diminution progressive entre 10 et 50 jours. La diminution est d'environ 53% et 57% respectivement au bout de 30 et 50 jours. Au bout de 252 jours on observe une chute plus considérable de 78% par rapport à la déformation initiale. L'évolution de la déformation montre que le composite devient de moins en moins déformable avec le temps.

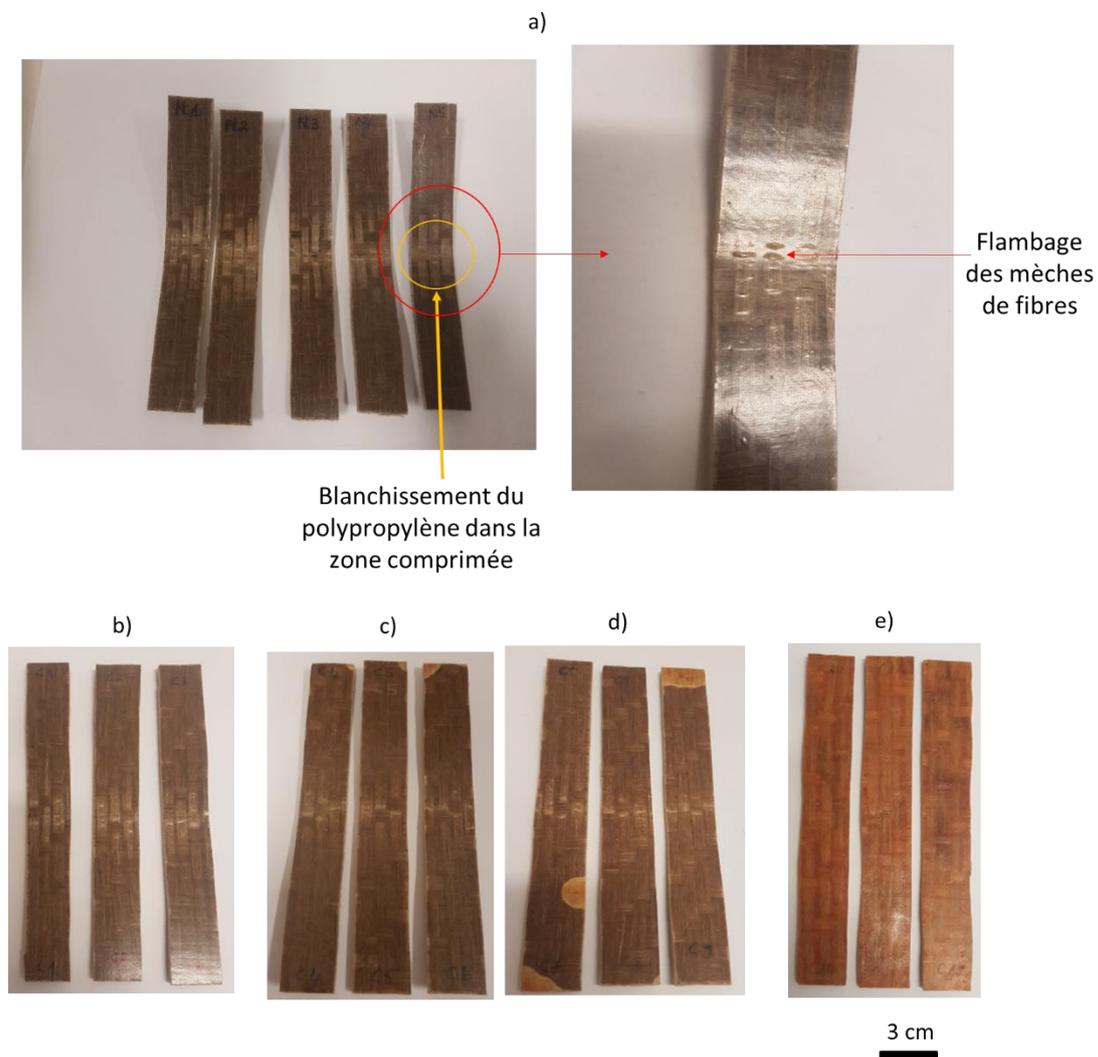


Figure 4.36 Faces supérieures des éprouvettes composites après flexion : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 50 jours, e) vieilles pendant 252 jours

La Figure 4.36 présente les faces supérieures des éprouvettes composites après flexion. On constate que le blanchissement de la matrice observé au niveau des faciès de rupture des éprouvettes non vieilles est encore observé sur les éprouvettes vieilles pendant 10, 30 et 50

jours. De même, le flambage des mèches de fibres qui a été observé sur la zone blanchie des éprouvettes non vieilles est également observé pour ces mêmes durées. Cependant, ces deux éléments sont absents sur le faciès des éprouvettes vieilles pendant 252 jours. Ceci s'explique par le fait qu'elles ne se déforment que très faiblement (Figure 4.35).

Les faces inférieures des éprouvettes composites après flexion sont présentées sur la Figure 4.37. On note que le matériau blanchit et se fissure au niveau de la zone de rupture, pour chaque durée de vieillissement sauf pour la durée de 252 jours.

Des observations microscopiques ont été réalisées sur la zone fissurée d'une éprouvette non vieilles et d'une éprouvette vieilles pendant 30 jours (Figure 4.38). On observe clairement une rupture ductile de la matrice lorsque le composite n'a subi aucun vieillissement, et une rupture fragile de celle-ci dans le cas du composite vieilles. Ceci explique la diminution de la déformation observée après vieillissement pendant les essais de flexion (Figure 4.35). Autrement dit, le composite est fragilisé par le vieillissement thermique.

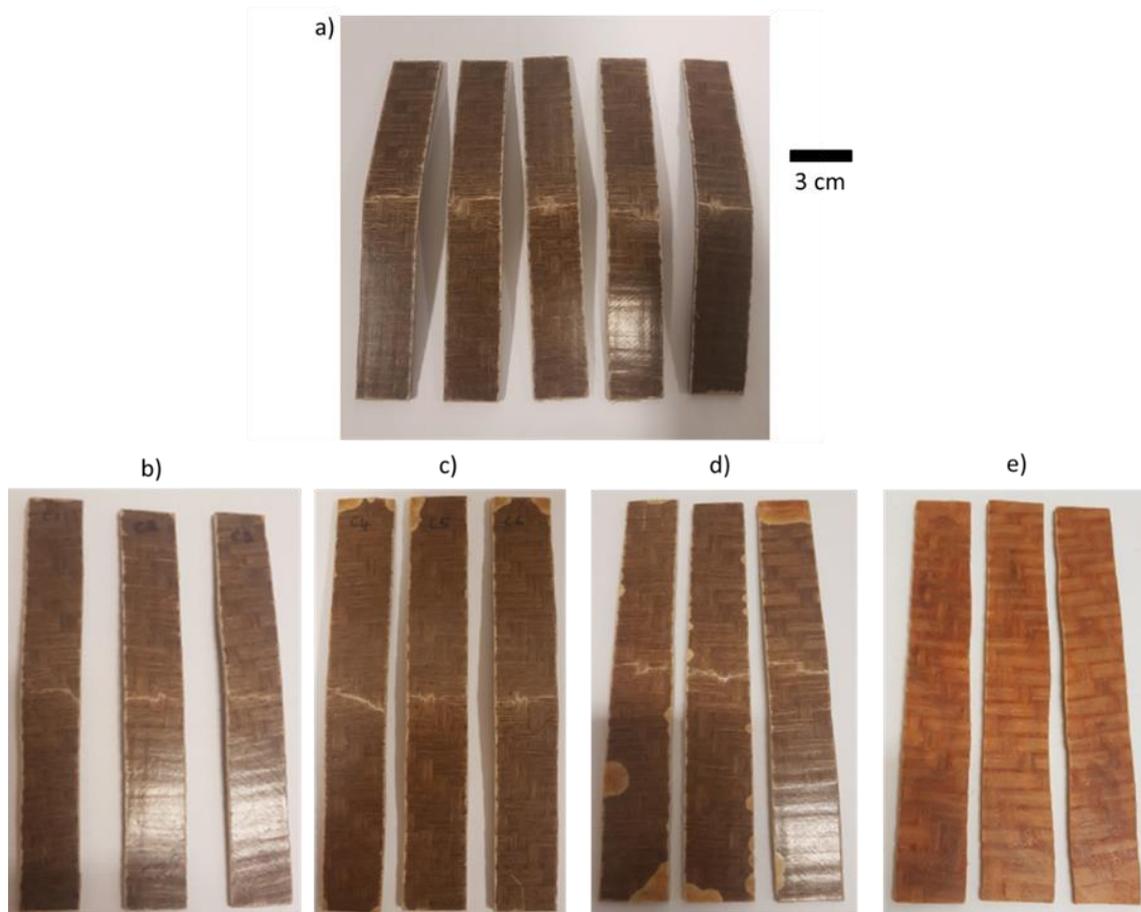


Figure 4.37 Faces inférieures des éprouvettes composites après flexion : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 50 jours, e) vieilles pendant 252 jours

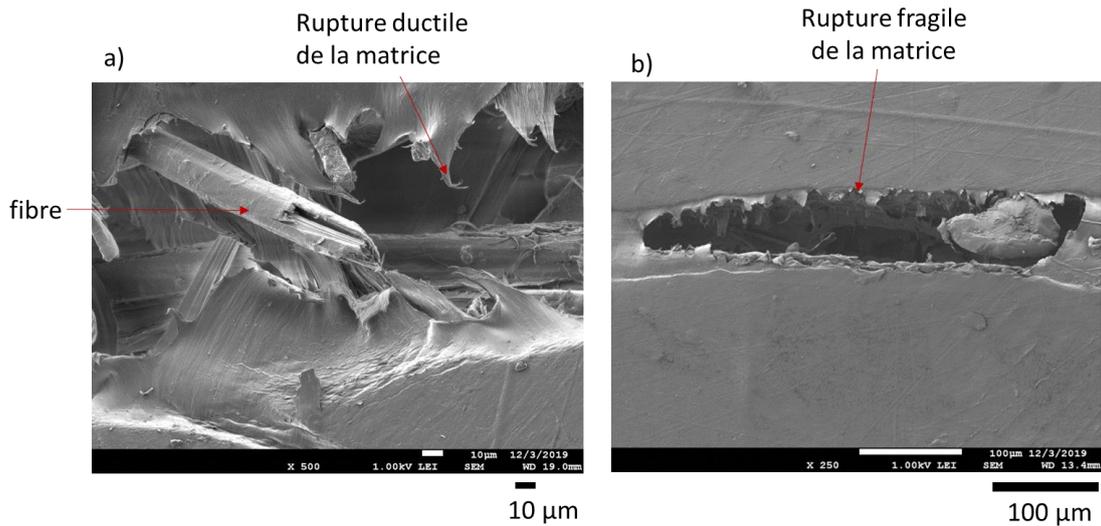


Figure 4.38 Images MEB réalisées sur la zone fissurée des éprouvettes composites : a) non vieillie, b) vieillie pendant 30 jours

### II.2.2.3.2 Influence sur les propriétés à l'impact

La Figure 4.39 ci-dessous présente une superposition des courbes force-déplacement d'impact du composite non vieilli et des composites vieillis pendant 10, 30, 50 et 252 jours.

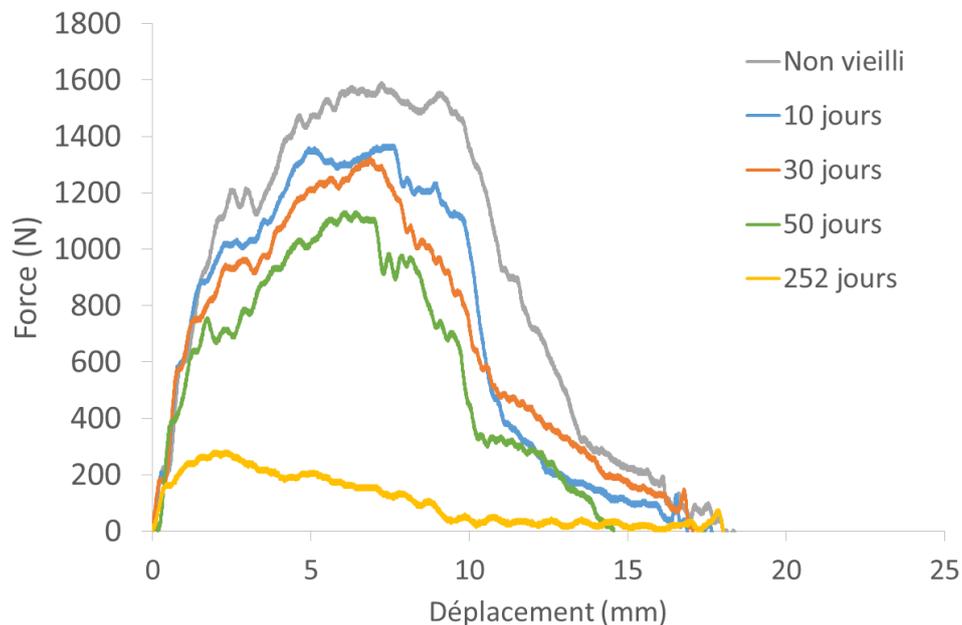


Figure 4.39 Courbes force-déplacement d'impact du composite Nat à différents temps de vieillissement thermique

Chacune des courbes débute avec une pente correspondant à la déformation élastique du matériau. On peut noter qu'entre 0 et 252 jours cette pente n'évolue pratiquement pas. On constate également que la force maximale d'impact diminue au cours du vieillissement, et qu'elle est fortement affectée au bout de 252 jours.

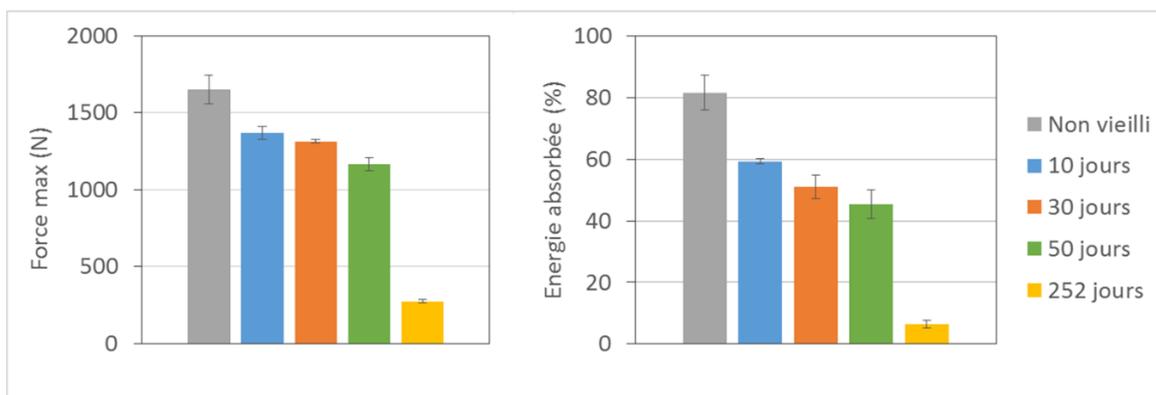


Figure 4.40 Evolution de la force maximale d'impact et de l'énergie absorbée du composite au cours du vieillissement thermique

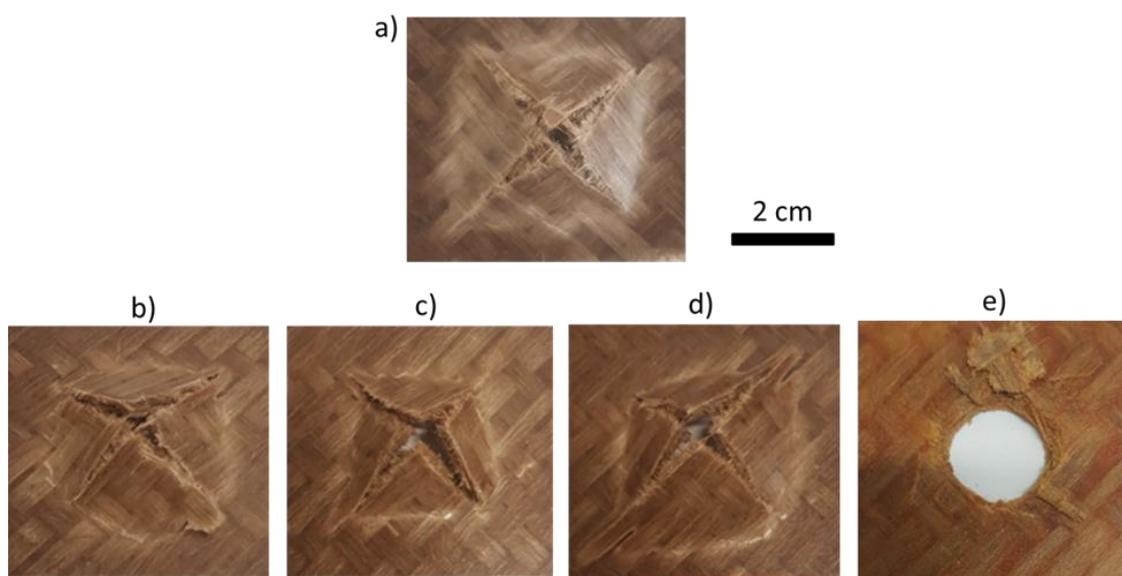


Figure 4.41 Faces supérieures des éprouvettes composites après impact : a) non vieilli, b) vieilli pendant 10 jours, c) vieilli pendant 30 jours, d) vieilli pendant 50 jours, e) vieilli pendant 252 jours

La Figure 4.40 ci-dessus montre l'évolution de la force maximale et de l'énergie d'impact durant le vieillissement thermique. De manière globale, l'énergie absorbée suit une évolution similaire à celle de la force maximale d'impact. On note qu'au bout de 10 jours, la force maximale et l'énergie absorbée diminuent respectivement d'environ 17% et 28%. Les deux grandeurs diminuent ensuite progressivement entre 10 et 50 jours, puis elles chutent brutalement au bout de 252 jours de 83% et 93% respectivement pour la force maximale et l'énergie absorbée par rapport aux valeurs initiales. La Figure 4.41 présente les faciès de rupture après impact des éprouvettes. On note premièrement la perforation du composite quelle que soit la durée du vieillissement. Les composites vieillis pendant 10, 30 et 50 jours présentent des ruptures similaires au matériau non vieilli. Leur perforation s'accompagne de fissures

principales qui se propagent essentiellement dans le sens des fibres. Dans le cas du composite vieilli pendant 252 jours, la perforation s'accompagne d'un arrachement de la matière. Ceci s'explique par le fait que le matériau a été fortement endommagé par le vieillissement comme cela a été montré plus haut.

### II.3 Influence du vieillissement thermique sur l'hybride

Les éprouvettes hybrides ont également été soumises au vieillissement thermique. Seulement, à moins de deux jours de vieillissement, plusieurs d'entre elles étaient complètement décollées (Figure 4.42).

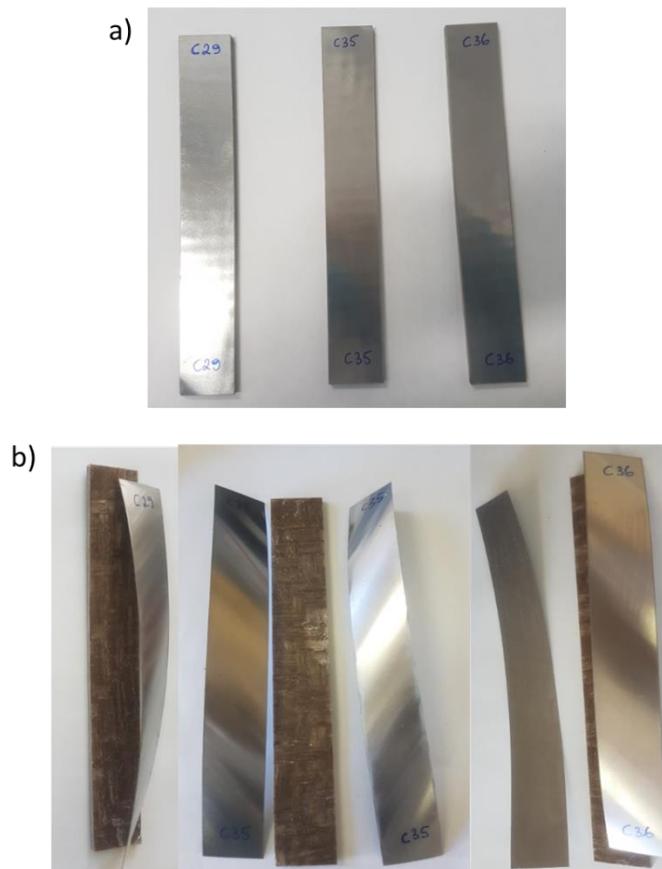


Figure 4.42 Eprouvettes hybrides décollées après moins de deux jours de vieillissement thermique

Afin de comprendre la cause de ce décollement, des essais simple recouvrement ont été réalisés d'une part à température ambiante et d'autre part à 100 °C. La Figure 4.43 présente les courbes force-déplacement des essais. Les résistances moyennes au cisaillement qui ont été obtenues sont de 4,3 MPa et 0,6 MPa respectivement pour les essais à température ambiante et à 100 °C. Ainsi, à une température de 100 °C on enregistre une perte d'environ 86% de la résistance au cisaillement par rapport à l'ambiante. Ce résultat montre qu'à 100 °C, l'interface est

considérablement fragilisée. Ceci explique le décollement observé au niveau des éprouvettes hybrides pendant les essais de vieillissement thermique à 120 °C.

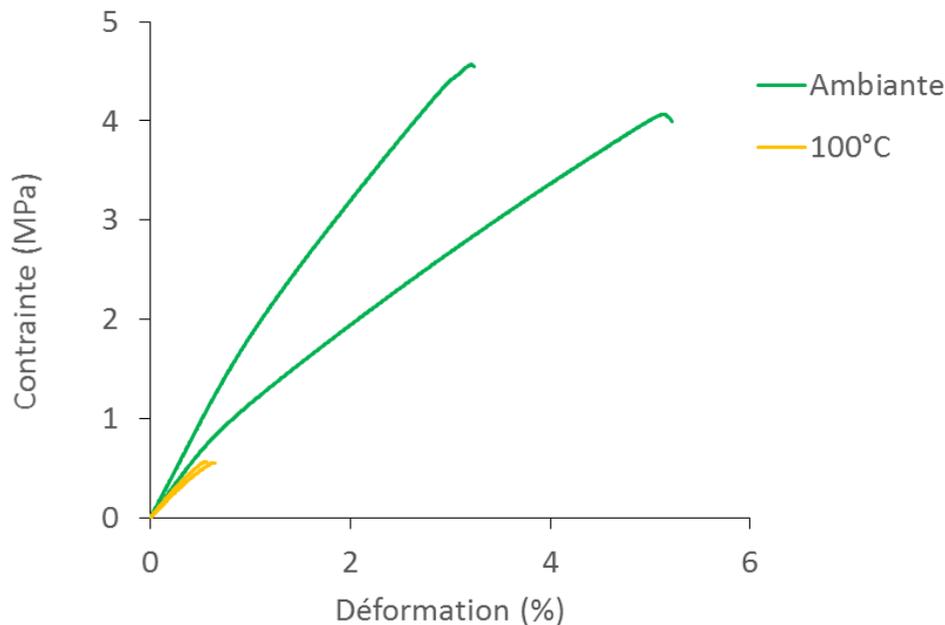


Figure 4.43 Courbes force-déplacement d'essais simple recouvrement réalisés à température ambiante et à 100 °C

### III. Conclusion

Ce chapitre a permis d'étudier l'effet de vieillissements hydrothermique et thermique sur le comportement et les propriétés des composites Nat et des hybrides Nat-CS-2/1-0,2. Le vieillissement hydrothermique a été réalisé à 70 °C sur une période de 177 jours. On a pu noter que l'absorption d'eau entraîne une chute importante du module et de la résistance en flexion du composite d'environ 82% et 59% respectivement, au bout de seulement 10 jours de vieillissement hydrothermique. Ceci est expliqué en partie par la plastification des fibres de lin par l'eau. Entre 10 et 50 jours, les propriétés en flexion du composite n'évoluent pratiquement plus. Cependant, un changement de comportement a été observé au bout de 177 jours. On a pu noter une légère augmentation du module, une légère diminution de la contrainte maximale et une diminution importante de la déformation à rupture. Le changement observé serait la conséquence de la fragilisation du polypropylène, suite à une modification de sa cristallinité sur le long terme. Dans le cas de l'hybride, une baisse d'environ 52%, 66% et 72% a été observée respectivement au niveau du module, de la résistance et de la déformation en flexion au bout de 10 jours. Au-delà de cette durée les propriétés évoluent très peu. Concernant les propriétés à l'impact du composite, elles se voient légèrement améliorées au bout de 10 jours, mais au-delà de cette durée, elles se dégradent progressivement entre 10 et 50 jours, puis elles diminuent de manière plus importante entre 50 et 252 jours. Les propriétés à l'impact des hybrides ne sont quant à elles presque pas affectées. Au bout de 177 jours, l'énergie absorbée augmente

légèrement en partie du fait de l'augmentation de la déformabilité des parties composites due à l'effet plastifiant de l'eau.

Le vieillissement thermique a également été étudié à une température de 120 °C sur une durée de 252 jours. On a pu noter au niveau du composite des changements de couleurs inattendus. La cause identifiée est le phénomène d'oxydation du polypropylène. Des observations microscopiques ont montré que ce phénomène cause la fragilisation de la matrice polypropylène. L'évolution de la déformation à rupture a pu confirmer cette fragilisation. Elle chute en effet tout au long du vieillissement jusqu'à atteindre une perte d'environ 78% au bout des 252 jours de vieillissement. Durant la période où le changement d'aspect reste localisé à certains endroits de l'éprouvette (entre 0 et 50 jours), le module et la résistance en flexion restent peu affectés. Une chute plus marquée de ces deux propriétés (23% et 62% respectivement pour le module et la résistance en flexion par rapport à leurs valeurs initiales) est cependant observée au bout de 252 jours, durée pour laquelle le changement d'aspect est généralisé sur toute l'éprouvette. Pour ce qui est des propriétés à l'impact du composite, la force maximale et l'énergie d'impact suivent une évolution similaire. Au bout de 10 jours, elles subissent une chute respectivement d'environ 17% et 28%. Leur chute se poursuit entre 10 et 50 jours mais elle reste très progressive. Au bout des 252 jours de vieillissement, lorsque l'oxydation est généralisée sur l'éprouvette, leurs valeurs chutent de manière assez brutale et atteignent une perte respectivement d'environ 83% et 93% pour la force maximale et l'énergie absorbée par rapport à leurs valeurs initiales. Au niveau des hybrides, plusieurs éprouvettes se sont complètement décollées après moins de deux jours de vieillissement à cause de la dégradation de la cohésion de l'interface assurée par le film adhésif F2. Des essais mécaniques post vieillissement n'ont donc pas pu être réalisés sur ces matériaux pour ces conditions.

## Conclusion générale et perspectives

L'analyse bibliographique menée a permis d'apprécier les performances des matériaux hybrides stratifiés composites/métal aussi bien en termes de propriétés mécaniques que de durabilité. Elle a également permis de noter que la variété d'hybrides intégrant les fibres naturelles est jusqu'ici très peu étudiée, malgré le fait que dans le contexte environnemental actuel elle pourrait constituer une solution intéressante. Cette étude s'est ainsi intéressée à contribuer à l'accroissement des connaissances sur cette variété d'hybride, afin d'évaluer notamment ses potentialités pour des applications dans le mobilier urbain extérieur.

Nous avons dans un premier temps étudié le comportement mécanique de ces structures en nous intéressant d'une part à des hybrides réalisés à partir de composite à matrice thermodurcissable, à savoir les hybrides acier/lin-époxy, et d'autre part à des hybrides réalisés à partir de composite à matrice thermoplastique, à savoir les hybrides acier/lin-polypropylène. L'étude menée sur les hybrides acier/lin-époxy a permis d'aboutir à plusieurs conclusions. On a tout d'abord pu noter que l'ajout d'un film adhésif à l'interface composite/métal n'apporte pas d'intérêt particulier puisqu'il n'améliore pas significativement les propriétés en flexion et en impact des hybrides acier/lin-époxy. Ensuite, il est apparu que la séquence d'empilement des plis composites placés entre les couches d'acier n'a pratiquement pas d'influence sur les propriétés et ne représente qu'un facteur de second ordre comparé à l'effet des couches d'acier en position externe. L'étude comparative entre les configurations 3/2 et 2/1 a montré que cette dernière configuration présente un avantage en terme de raideur en flexion et de résistance à l'impact.

Les résultats expérimentaux en flexion des hybrides acier/lin-époxy et acier/lin-polypropylène (Nat-CS-2/1-0,2) ont été confrontés aux simulations réalisées à l'aide de la théorie des stratifiés avec prise en compte du cisaillement transverse et de la théorie des sandwichs. On a pu noter des prédictions satisfaisantes avec chacune des deux théories, bien que des écarts ont pu être constatés entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques. La prise en compte des non-linéarités de comportement (qu'elles soient en fonction du niveau de contrainte ou du temps) semble indispensable pour améliorer la prédiction du comportement de ces matériaux. Par ailleurs l'analyse de sensibilité menée a permis de mettre en évidence que l'écartement des appuis et l'épaisseur des couches métalliques sont des paramètres du premier ordre. Dans le premier cas, il s'agit d'une condition aux limites de l'essai, et dans le deuxième cas il s'agit d'une dimension géométrique. Il est donc nécessaire d'y apporter une attention particulière lors de la mise en œuvre des essais.

Une étude a été menée afin de comparer les performances de ces différents matériaux. Une première comparaison confrontant l'hybride avec composite à matrice thermodurcissable (acier/lin-époxy) et l'hybride avec composite à matrice thermoplastique (acier/lin-polypropylène) a montré que l'usage de la matrice thermoplastique de polypropylène permet de bénéficier d'un gain de masse d'environ 13% par rapport à l'usage de la matrice thermodurcissable d'époxy, tout en maintenant des propriétés de rigidité en flexion et de résistance à l'impact similaires à celles obtenues avec le composite à matrice thermodurcissable. En outre, les hybrides fabriqués à partir de la matrice thermoplastique

présentent de meilleures options en termes de recyclage et de fin de vie. Par ailleurs, l'effet de la présence des fibres dans la matrice polypropylène sur la rigidité en flexion de ces hybrides a été évalué. On a pu constater que leur présence contribue à une amélioration modérée, d'environ 7,2%, des propriétés de rigidité en flexion dans une configuration 2/1. La présence des fibres permet néanmoins de minimiser le différentiel des coefficients d'expansion thermique entre métal et matériau organique, ce qui garantit une meilleure tenue à la fatigue thermique. Une étude comparative plus globale confrontant les solutions hybrides développées à d'autres solutions composites et monomatériaux couramment employées dans les mobiliers urbains a montré que les solutions hybrides composites biosourcés/métal représentent des alternatives intéressantes.

L'effet d'un vieillissement hydrothermique à 70 °C sur les hybrides Nat-CS-2/1-0,2 et les composites Nat (lin/polypropylène) qui les constituent a également été investigué. Le vieillissement s'est étendu sur une durée de 177 jours. On a pu constater que l'absorption d'eau entraîne dans ces conditions une chute importante du module (perte d'environ 82%) et de la résistance (perte d'environ 59%) en flexion du composite au bout de seulement 10 jours de vieillissement. Ces pertes de propriétés sont attribuées à l'effet plastifiant de l'eau sur les fibres de lin du composite et également à un potentiel endommagement à l'interface fibre-matrice. Dans le cas de l'hybride, une baisse d'environ 52% et 66% a été observée au niveau du module et de la résistance en flexion, respectivement. Des observations microscopiques des faciès de rupture ont permis de mettre en évidence une dégradation de l'interface composite/métal due au vieillissement hydrothermique, certainement à l'origine de cette chute de propriétés. Une tendance différente a été notée dans le cas des propriétés à l'impact. Pour les composites, les propriétés à l'impact se sont vues légèrement améliorées au bout de 10 jours, mais au-delà de cette durée, une dégradation progressive, puis une diminution plus importante ont été observées. En revanche les propriétés à l'impact des hybrides n'ont pratiquement pas été affectées. Les courbes de prise de masse et de suivi dimensionnel des composites et des hybrides ont montré qu'au bout d'une certaine durée de vieillissement le composite commence à se dégrader.

Enfin, l'effet d'un vieillissement thermique à 120 °C sur les hybrides Nat-CS-2/1-0,2 et les composites Nat qui les constituent a été étudié sur une période de 252 jours. Le premier constat effectué au niveau des composites Nat (lin/polypropylène) est leur changement de couleur. En effet le composite jaunit progressivement, depuis les bords jusqu'au centre des échantillons. Des changements similaires ont été observés en faisant vieillir uniquement la matrice polypropylène de ces composites. Les observations microscopiques effectuées ont permis de mettre en évidence la présence de fissures au niveau des zones jaunies. Une analyse en spectroscopie infrarouge a permis d'identifier le phénomène de thermo-oxydation comme cause de ce changement d'aspect et de la fragilisation du matériau suite à des ruptures de chaînes moléculaires. En s'intéressant ensuite à l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques des composites Nat, on a pu noter que les propriétés en flexion sont très peu affectées entre 0 et 50 jours de vieillissement, période où le changement d'aspect reste localisé uniquement à certains endroits. Dans ce même intervalle, on a noté une diminution progressive des propriétés d'impact. Par contre une perte non négligeable de ces propriétés est notée après 252 jours, durée pour laquelle le changement d'aspect est généralisé sur toutes les éprouvettes. Pour ce qui est des hybrides, plusieurs éprouvettes se sont complètement décollées après moins de deux jours

de vieillissement. Des essais simple recouvrement ont révélé que la cohésion de l'interface assurée par le film adhésif était considérablement fragilisée à une température de 100 °C. Nos essais ayant été réalisés à 120 °C, l'interface n'a pas pu jouer son rôle. Pour cette raison, une campagne d'essais après vieillissement n'a pas pu être réalisée. Ceci montre en quelque sorte les limites des essais accélérés. En effet, dans des conditions réelles d'utilisation, ce mode de dégradation n'aurait pas forcément été observé.

Ces travaux ont permis de montrer que les solutions hybrides composites biosourcés/métal pourraient être des alternatives intéressantes aux monomatériaux utilisés dans le secteur du mobilier urbain. Cependant les résultats obtenus à ce stade ne permettent pas de valider complètement leur applicabilité dans le secteur. En effet, il existe d'autres aspects pertinents dont la base de données reste très peu fournie. L'aspect durabilité nécessite notamment des investigations supplémentaires. Bien que cet aspect ait été exploré dans la présente étude, nous avons pu noter les limites des vieillissements de type accéléré. La sévérité de leurs conditions entraîne des mécanismes de dégradations qui ne seraient pas nécessairement observés dans des conditions réelles de service. Un autre aspect est la fin de vie. La nature multi-composant de ces solutions leur confère des avantages indéniables notamment du point de vue des propriétés mécaniques et de la durabilité. Cependant, de telles structures nécessitent des réflexions plus approfondies pour identifier des scénarios de fin de vie qui leur correspondent tout en restant respectueux de l'environnement. On peut également citer l'aspect fabrication et mise en œuvre de formes complexes. En effet, le secteur du mobilier urbain est un secteur où l'accent est également mis sur le côté esthétique. Cela passe entre autres par la possibilité de réaliser des objets à formes complexes.

Pour conclure, on peut noter un certain nombre de questions restant en suspens, et pour lesquelles une poursuite des investigations serait nécessaire :

- Dans le cadre du vieillissement hydrothermique, les essais mécaniques post vieillissement ont été réalisés sur des éprouvettes qui ont été conservées dans leur état saturé en eau. Il serait intéressant à l'avenir d'évaluer l'influence du vieillissement sur le matériau « sec » (revenu à l'état d'équilibre avec les conditions ambiantes).
- L'influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques des hybrides n'a pas pu être évaluée à cause de la sensibilité à la température de vieillissement du film employé pour assurer l'adhésion composite/métal. Il faudrait fabriquer de nouveaux hybrides en utilisant un film adhésif ayant des caractéristiques thermiques adaptées à la température de vieillissement ciblée. Une autre option serait d'éviter d'utiliser une température de vieillissement dépassant les températures réelles d'utilisation.
- Des essais de vieillissement au brouillard salin étaient prévus dans le cadre de cette étude. Ils n'ont cependant pas pu être réalisés suite à une panne de matériel. Il serait ainsi intéressant de mener cette étude dans de futurs travaux.
- Le mobilier urbain étant en service dans un environnement avec des conditions beaucoup plus complexes que celles considérées ici, des essais de type immersion/séchage, chaud/froid, gel/dégel, ou encore des essais couplés de type fluage/fatigue dans des environnements variés, seraient ainsi intéressants à envisager.

- Les solutions hybrides proposées ne peuvent gagner une légitimité qu'à condition que leur impact environnemental soit très précisément évalué. Ceci passe par l'établissement d'une ACV détaillée, et d'une exploration exhaustive des solutions de recyclage.
- Une étude pourrait être menée afin de mettre sur pied des procédés de fabrication permettant la réalisation de formes d'objets complexes à partir de solutions hybrides composites biosourcés/métal.

# Références

- Abdullah, M. R., Prawoto, Y., & Cantwell, W. J. (2015). Interfacial fracture of the fibre-metal laminates based on fibre reinforced thermoplastics. *Materials and Design*, 66(PB), 446-452. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.03.058>
- Actu. (2012). Les ferrailles, nouvelle ère du recyclage de l'acier. <https://www.actu-environnement.com/ae/dossiers/matieres-recyclees/recyclage-ferrailles.php>.
- ADEME. (2014). Identification des gisements et valorisation des matériaux biosourcés en fin de vie en France.
- Adriana, A., Danielle, F. N. R., Travessa, D. N., & Botelho, E. C. (2012). The effect of thermal cycles on the mechanical properties of fiber – metal laminates. *Materials and Design*, 42, 434-440. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.038>
- Ali, A., Pan, L., Duan, L., Zheng, Z., & Sapkota, B. (2016). Characterization of seawater hygrothermal conditioning effects on the properties of titanium-based fiber-metal laminates for marine applications. *Composite Structures*, 158, 199-207. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.09.037>
- Altmayer, F. (1995). Critical Aspects of the Salt Spray Test. *Plating and Surface Finishing*.
- Antonini, G. (2003). Traitements thermiques des déchets - Processus thermochimiques. *Technique de l'Ingénieur*, G2050 V1.
- ArcelorMittal. (s.d.). Economie circulaire. <https://france.arcelormittal.com/developpement-durable/economie-circulaire.aspx>.
- Assarar, M., Scida, D., Mahi, A. El, Poilâne, C., & Ayad, R. (2011). Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials : Flax – fibres and glass – fibres. *Materials and Design*, 32(2), 788-795. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.07.024>
- ASTM B117, N. (1997). ASTM B117 Norme brouillard salin.
- Asundi, A., & Choi, A. Y. N. (1997). Fiber metal laminates: An advanced material for future aircraft. *Journal of Materials Processing Technology*, 63(1-3), 384-394. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(96\)02652-0](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(96)02652-0)
- Azwa, Z. N., Yousif, B. F., Manalo, A. C., & Karunasena, W. (2013). A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials and Design*, 47, 424-442. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025>
- Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(7), 939-948. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(02\)00040-4](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(02)00040-4)
- Beg, M. D. H., & Pickering, K. L. (2008). Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part II: Hygrothermal ageing and its effects. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(9), 1565-1571. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.06.002>

- Behera, A., Thawre, M. M., & Ballal, A. (2020). Materials Today : Proceedings Hygrothermal aging effect on physical and mechanical properties of carbon fiber / epoxy cross-ply composite laminate. *Materials Today: Proceedings*, (xxxx), 10-13. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.12.329>
- Bensadoun, F., Vanderfeesten, B., Verpoest, I., Vuure, A. W. Van, & Acker, K. Van. (2016). Environmental impact assessment of end of life options for flax-MAPP composites. *Industrial Crops and Products*, 94, 327-341. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.09.006>
- Berges, M., Léger, R., Placet, V., Person, V., Corn, S., Gabrion, X., ... Fontaine, S. (2016). Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 88, 165-177. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.05.029>
- Berthelot, J. (2010). *Mécanique des Matériaux et Structures Composites*, Lavoisier/Tec et Doc.
- Binétruy, C. (2019). Structures sandwiches. *Technique de l'Ingénieur*, 33.
- Botelho, E. C., Almeida, R. S., Pardini, L. C., & Rezende, M. C. (2007). Elastic properties of hygrothermally conditioned glare laminate. *International Journal of Engineering Science*, 45(1), 163-172. <https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2006.08.017>
- Botelho, E., Silva, R., Pardini, L., & Rezende, M. (2006). A Review on the Development and Properties of Continuous Fiber / epoxy / aluminum Hybrid Composites for Aircraft Structures. *Materials Research*, 9(3), 247-256.
- Botelho, E C, Almeida, R. S., Pardini, L. C., & Rezende, M. C. (2007). Influence of Hygrothermal Conditioning on the Elastic Properties of Carall Laminates. *Applied Composite Materials*, 14, 209-222. <https://doi.org/10.1007/s10443-007-9041-3>
- Botelho, E C, Pardini, L. C., & Rezende, M. C. (2005). Hygrothermal effects on damping behavior of metal / glass fiber / epoxy hybrid composites. *Materials Science and Engineering A*, 399, 190-198. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.02.093>
- Botelho, E C, Pardini, L. C., & Rezende, M. C. (2007). Evaluation of hygrothermal effects on the shear properties of Carall composites. *Materials Science and Engineering A*, 452, 292-301. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.10.127>
- Botelho, Edson C, Rezende, M. C., & Pardini, L. C. (2008). Hygrothermal Effects Evaluation Using the Iosipescu Shear Test for Glare Laminates. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 30(3), 213-220.
- Bourmaud, A., & Baley, C. (2007). Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 92, 1034-1045. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.02.018>
- Braunschweig, A. (2004). Automatic disassembly of snap-in joints in electromechanical devices. *Proceedings of the 4th international congress mechanical engineering technologies*, 4, 23-25.
- Bréchet, Y. J. M., Ashby, M. F., Cebon, D., & Salvo, L. (2004). Selection strategies for materials and processes. *Materials and Design*, 25(03), 51-67.

[https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(03\)00159-6](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(03)00159-6)

- Cadu, T., Schoors, L. Van, Sicot, O., Moscardelli, S., & Divet, L. (2019). Industrial Crops & Products Cyclic hygrothermal ageing of flax fibers ' bundles and unidirectional flax / epoxy composite . Are bio-based reinforced composites so sensitive ? *Industrial Crops & Products*, *141*(August), 111730. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111730>
- Calabrese, L. (2017). Salt-fog spray aging of jute-basalt reinforced hybrid structures : Flexural and low velocity impact response. *Composites Part B*, *116*, 99-112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.01.031>
- Campolongo, F., Cariboni, J., & Saltelli, A. (2007). An effective screening design for sensitivity analysis of large models. *Environmental Modelling & Software*, *22*(10), 1509-1518. <https://doi.org/10.1016/j.envsoft.2006.10.004>
- Campolongo, F., & Saltelli, A. (1997). Sensitivity analysis of an environmental model : an application of different analysis methods. *Reliability Engineering and System Safety*, *57*, 49-69.
- Carrillo, J. G., & Cantwell, W. J. (2009). Mechanical properties of a novel fiber-metal laminate based on a polypropylene composite. *Mechanics of Materials*, *41*(7), 828-838. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2009.03.002>
- Carter, H. G., & Kibler, K. G. (1978). Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins. *Composite Materials*, *12*, 118-131.
- Chandrasekar, M., Ishak M.R., Salit M.S., Leman Z., Jawaid M., N. J. (2018). Mechanical Properties of a Novel Fibre Metal Laminate Reinforced with the Carbon, Flax, and Sugar Palm Fibres. *Bioresources*, *13*(3), 5725-5739.
- Chandrasekar, M., & Jawaid, M. (2017). An experimental review on the mechanical properties and hygrothermal behaviour of fibre metal laminates. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, *36*(1), 72-82. <https://doi.org/10.1177/0731684416668260>
- Chandrasekar, M., Sapuan, S. M., Leman, Z., & Mohammad, J. (2016). Tensile and flexural properties of the hybrid flax / carbon based fibre metal laminate. *Proceedings of the 5th Postgraduate Seminar on Natural Fiber Composites*, (December), 5-10.
- Cheour, K., Assarar, M., Scida, D., Ayad, R., & Gong, X. L. (2016). Effect of water ageing on the mechanical and damping properties of flax-fibre reinforced composite materials. *Composite Structures*, *152*, 259-266. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.05.045>
- Chilali, A., Zouari, W., Assarar, M., Kebir, H., & Ayad, R. (2017). Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composite Structures*, *183*(1), 309-319. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.03.077>
- Colin, X., Audouin, L., Verdu, J., & Huy, M. Le. (2007). Kinetic modelling of the thermal oxidation of polyisoprene elastomers . Part 2 : Effect of sulfur vulcanization on mass changes and thickness distribution of oxidation products during thermal oxidation. *Polymer Degradation and Stability*, *92*, 898-905. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.01.004>
- Compston, P., Cantwell, W. J., Jones, C., & Jones, N. (2001). Impact perforation resistance

- and fracture mechanisms of a thermoplastic based fiber-metal laminate. *Journal of Materials Science Letters*, 20(7), 597-599. <https://doi.org/10.1023/A:1010904930497>
- Da Silva, D. A., Botelho, E. C., & Rezende, M. C. (2009). Hygrothermal aging effect on fatigue behavior of GLARE. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 28(20), 2487-2499. <https://doi.org/10.1177/0731684408092379>
- Davies, P., Le Duigou, A., Pillin, I., Bourmaud, A., & Baley, C. (2008). Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly (L-lactide) composites. *Composites Part A*, 39, 1471-1478. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.05.008>
- Demircio, T. K., Bal, F., İ, O., Arslan, N., Ay, İ., & Ata, A. (2018). Experimental investigation on low-velocity impact response of wood skinned sandwich composites with different core configurations. *Materials Today Communications*, 17, 31-39. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.08.003>
- Directives. (2008). Directive 2008/98/CE du Parlement européen et du Conseil du 19 novembre 2008 relative aux déchets et abrogeant certaines directives. *Journal officiel de l'Union européenne*, 3-30.
- Duflou, J. R., Seliger, G., Kara, S., Umeda, Y., Ometto, A., & Willems, B. (2008). Efficiency and feasibility of product disassembly : A case-based study. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 57, 583-600. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2008.09.009>
- El-Mazry, C., Hassine, M. Ben, Correc, O., & Colin, X. (2013). Thermal oxidation kinetics of additive free polyamide 6-6. *Polymer Degradation and Stability*, 98(1), 22-36. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.11.002>
- Equip'Prod. (2015). Mise au point technologie de recyclage dans les composites. <https://www.equip-prod.com/actualites/mise-au-point-technologie-de-recyclage-dans-les-composites/>.
- Espert, A., Vilaplana, F., & Karlsson, S. (2004). Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, 1267-1276. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.04.004>
- Fayolle, B., Audouin, L., George, G. A., & Verdu, J. (2002). Macroscopic heterogeneity in stabilized polypropylene thermal oxidation. *Polymer Degradation and Stability*, 77, 515-522.
- Fayolle, B., Audouin, L., & Verdu, J. (2002). Initial steps and embrittlement in the thermal oxidation of stabilised polypropylene films. *Polymer Degradation and Stability*, 75, 123-129.
- Fayolle, B., Audouin, L., & Verdu, J. (2006). Effect of oxygen pressure on the oxidation kinetics of unstabilised polypropylene. *Polymer Degradation and Stability*, 91, 398-405. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.04.043>
- Fayolle, B., Richaud, E., Verdu, J., & Farcas, F. (2008). Embrittlement of polypropylene fibre during thermal oxidation. *Journal of Materials Science*, 43, 1026-1032. <https://doi.org/10.1007/s10853-007-2242-1>
- Feng, N. L., DharMalingam, S., Zakaria, K. A., & Selamat, M. Z. (2019). Investigation on the

- fatigue life characteristic of kenaf/glass woven-ply reinforced metal sandwich materials. *Journal of Sandwich Structures & Materials*, 21(7), 2440-2455. <https://doi.org/10.1177/1099636217729910>
- Fiore, V., Calabrese, L., Di Bella, G., Scalici, T., Galtieri, G., Valenza, A., & Proverbio, E. (2016). Effects of aging in salt spray conditions on flax and flax/basalt reinforced composites: Wettability and dynamic mechanical properties. *Composites Part B: Engineering*, 93, 35-42. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.02.057>
- Fiore, V., Calabrese, L., Proverbio, E., Passari, R., & Valenza, A. (2017). Salt spray fog ageing of hybrid composite / metal rivet joints for automotive applications. *Composites Part B*, 108, 65-74. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.096>
- Galvazinc.com. (s.d.). Les métaux dans le bâtiment. <https://www.galvazinc.com/images/articles/PDFs/Recyclage-M%C3%A9taux-B%C3%A2timent.pdf>.
- Gay, D. (2005). Matériaux composites, Lavoisier Hermes (5e édition révisée).
- George, G. A., Goss, B. G. S., Barry, M. D., & Birtwhistle, D. (2001). Modelling of infectious spreading in heterogeneous polymer oxidation I . Development of a stochastic model. *Polymer Degradation and Stability*, 74, 271-282.
- Gigliotti, M., Grandidier, J. C., & Lafarie-frenot, M. C. (2014). Vieillissement de matériaux composites à matrice organique - Cas d'études. *Technique de l'Ingénieur*, AM5323 V1, 33.
- Goffart, J., & Woloszyn, M. (2018). RBD-FAST : une méthode d'analyse de sensibilité rapide et rigoureuse pour la garantie de performance énergétique. *Conférence Francophone de l'International Building Performance Simulation Association IBPSA, Bordeaux, France*. hal-01873694.
- Gonzalez-Canche, N. G., Flores-Johnson, E. A., & Carrillo, J. G. (2017). Mechanical characterization of fiber metal laminate based on aramid fiber reinforced polypropylene. *Composite Structures*, 172, 259-266. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.02.100>
- Gupta, M. K., & Srivastava, R. K. (2015). Effect of sisal fibre loading on dynamic mechanical analysis and water absorption behaviour of jute fibre epoxy composite. *Materials Today: Proceedings*, 2(4-5), 2909-2917. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.253>
- Hallonet, A. (2016). Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin : application au renforcement de structures en béton par collage externe To cite this version : HAL Id : tel-01402139 Développement et caractérisation d'un matériau compo. *Thèse de doctorat, Université de Lyon*.
- Homma, T., & Saltelli, A. (1996). Importance measures in global sensitivity analysis of nonlinear models. *Reliability Engineering and System Safety*, 52, 1-17.
- Hu, Li, H. G., Cai, L., Zhu, J. P., Pan, L., Xu, J., & Tao, J. (2014). Preparation and properties of Fibre-Metal Laminates based on carbon fibre reinforced PMR polyimide. *Composites Part B: Engineering*, 69, 587-591. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.11.011>
- Hu, Y., Li, H., Tao, J., Pan, L., & Xu, J. (2018). The Effects of Temperature Variation on Mechanical Behaviors of Polyetheretherketone-Based Fiber Metal Laminates. *Polymer composites*, 39(5), 1447-1454. <https://doi.org/10.1002/pc.24085>

- Iooss, B. (2011). Revue sur l'analyse de sensibilité globale de modèles numériques. *Journal de la Societe Française de Statistique, Societe Française de Statistique et Societe Mathematique de France*, hal-00503179v2, 152(1), 1-23.
- Ishak, N. M., Malingam, S. D., Mansor, M. R., Fuad, A., & Ghani, A. (2018). Effect of water absorption on tensile properties of natural fibre metal laminate. *Proceedings of Mechanical Engineering Research Day*, 216-217.
- Jakubczak, P., Bienias, J., & Surowska, B. (2018). Interlaminar shear strength of fibre metal laminates after thermal cycles. *Composite Structures*, 206, 876-887. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.09.001>
- Jiang, H., Cong, Y., Zhang, X., Li, G., & Cui, J. (2018). Fatigue degradation after salt spray ageing of electromagnetically riveted joints for CFRP/Al hybrid structure. *Materials and Design*, 142, 297-307. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.01.047>
- Johar, M., Chong, W. W. F., Kang, H. S., & Wong, K. J. (2019). Effects of moisture absorption on the different modes of carbon / epoxy composites delamination. *Polymer Degradation and Stability*, 165, 117-125. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.05.007>
- Joseph, P. V., Rabello, M. S., Mattoso, L. H. C., Joseph, K., & Thomas, S. (2002). Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 62(10-11), 1357-1372. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00080-5](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00080-5)
- Joshi, O. M. K. (1983). The effect of moisture on the shear properties of carbon fibre composites. *Composites*, 14(3), 196-200.
- Khalili, S. M. R., Daghig, V., & Eslami Farsani, R. (2011). Mechanical behavior of basalt fiber-reinforced and basalt fiber metal laminate composites under tensile and bending loads. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30(8), 647-659. <https://doi.org/10.1177/0731684411398535>
- Krauklis, A. E. (2018). Mechanism of Yellowing : Carbonyl formation during hygrothermal aging in a common amine epoxy. *Polymers*, 10(9). <https://doi.org/10.3390/polym10091017>
- Krawczak, P. (2011). Recyclage des composites. *Technique de l'Ingénieur*, AM5895 VI.
- Kuan, H. T. N., Cantwell, W. J., Hazizan, M. A., & Santulli, C. (2011). The fracture properties of environmental-friendly fiber metal laminates. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30(6), 499-508. <https://doi.org/10.1177/0731684411398536>
- Lawcock, G. D., Ye, L., Mai, Y. W., & Sun, C. T. (1998). Effects of fibre/matrix adhesion on carbon-fibre-reinforced metal laminates - II. Impact behaviour. *Composites Science and Technology*, 57(12), 1621-1628. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(97\)00094-8](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(97)00094-8)
- Lefevre, A., Bourmaud, A., Morvan, C., & Baley, C. (2014). Tensile properties of elementary fibres of flax and glass : Analysis of reproducibility and scattering. *Materials Letters*, 130, 289-291. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.05.115>
- Leger, R., Roy, A., & Grandidier, J. C. (2010). Non-classical water diffusion in an industrial adhesive. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 30(8), 744-753.

<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2010.07.008>

- Li, H., Hu, Y., Fu, X., Zheng, X., Liu, H., & Tao, J. (2016). Effect of adhesive quantity on failure behavior and mechanical properties of fiber metal laminates based on the aluminum-lithium alloy. *Composite Structures*, *152*, 687-692.  
<https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.05.098>
- Li, H., Hu, Y., Liu, C., Zheng, X., Liu, H., & Tao, J. (2016). The effect of thermal fatigue on the mechanical properties of the novel fiber metal laminates based on aluminum-lithium alloy. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *84*, 36-42.  
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.01.004>
- Li, H., Xu, Y., Hua, X., Liu, C., & Tao, J. (2018). Bending failure mechanism and flexural properties of GLARE laminates with different stacking sequences. *Composite Structures*, *187*, 354-363. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.12.068>
- Li, X., Zhang, X., Guo, Y., Shim, V. P. W., Yang, J., & Chai, G. B. (2018). Influence of fiber type on the impact response of titanium-based fiber-metal laminates. *International Journal of Impact Engineering*, *114*, 32-42.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2017.12.011>
- Liang, S., Gning, P. B., Guillaumat, L., Liang, S., Gning, P. B., & Comportement, L. G. (2011). Comportement en fatigue des composites en lin / époxy. *AMAC. 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17), Jun 2011, Poitiers-Futuroscope, France*, <hal-00598008>, 75.
- Lin, Q., Zhou, X., & Dai, G. (2002). Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, *85*(14), 2824-2832.  
<https://doi.org/10.1002/app.10844>
- Macdonnell, L., & Sadeghian, P. (2020). Experimental and analytical behaviour of sandwich composites with glass fiber-reinforced polymer facings and layered fiber mat cores. *Journal of Composite Materials*. <https://doi.org/10.1177/0021998320939625>
- Majerski, K., Surowska, B., & Bienias, J. (2018). The comparison of effects of hygrothermal conditioning on mechanical properties of fibre metal laminates and fibre reinforced polymers. *Composites Part B*, *142*, 108-116.  
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.01.002>
- Malingam, S. D., & Kalyanasundaram, S. (2010). A study on the forming analysis of a self-reinforced polypropylene based composite-aluminium hybrid structures. *Proceedings of the 6th Australasian Congress on Applied Mechanics*.
- Methacanon, P., Weerawatsophon, U., Sumransin, N., Prahsarn, C., & Bergado, D. T. (2010). Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. *Carbohydrate Polymers*, *82*(4), 1090-1096.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.036>
- Mokhothu, T. ., & John, M. J. (2015). Review on hygroscopic aging of cellulose fibres and their biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, *131*, 337-354.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.06.027>
- Morris, M. D. (1991). Factorial Sampling Plans for Preliminary Computational Experiments.

*Technometrics*, 33(2), 161-174.

- Najafi, M., Ansari, R., & Darvizeh, A. (2017). Environmental Effects on Mechanical Properties of Glass/Epoxy and Fiber Metal Laminates, Part I: Hygrothermal Aging. *Mechanics of Advanced Composite Structures*, 4(3), 187-196. <https://doi.org/10.22075/MACS.2016.507>
- Noolvi, B., & Nagaraj, S. (2020). Materials Today : Proceedings Modal analysis of smart composite cantilever beams. *Materials Today: Proceedings*, 27, 1720-1722. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.643>
- Noor, M. F., Pasha, R. A., Wakeel, A., Nasir, M. A., & Bilal, Y. (2017). Effect of thermal cycling on the tensile behavior of CF/Al fiber metal laminates. *Advances in Science and Technology Research Journal*, 11(3), 80-86. <https://doi.org/10.12913/22998624/73820>
- Ostapiuk, M., & Surowska, B. (2018). Analysis of the bending and failure of fiber metal laminates based on glass and carbon fibers. *Science and Engineering of Composite Materials*, 25(6), 1095-1106.
- Pantaloni, D., Shah, D., Baley, C., & Bourmaud, A. (2020). Monitoring of mechanical performances of flax non-woven biocomposites during a home compost degradation. *Polymer Degradation and Stability*, 177, 109-166. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2020.109166>
- Panthapulakkal, S., & Sain, M. (2007). Studies on the water absorption properties of short hemp-glass fiber hybrid polypropylene composites. *Journal of Composite Materials*, 41(15), 1871-1883. <https://doi.org/10.1177/0021998307069900>
- Park, S., Jong, W., & Soap, H. (2010). The effects of void contents on the long-term hygrothermal behaviors of glass / epoxy and GLARE laminates. *Composite Structures*, 92(1), 18-24. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2009.06.006>
- Patil, N. A., Mulik, S. S., Wangikar, K. S., & Kulkarni, A. P. (2018). Characterization of Glass Laminate Aluminium Reinforced Epoxy- A Review. *Procedia Manufacturing*, 20, 554-562. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.02.083>
- Perrier, A., Touchard, F., Chocinski-arnault, L., & Mellier, D. (2017). Influence de l'eau sur les mécanismes d'endommagement d'un composite tissé chanvre / époxy : analyse quantitative par microtomographie X. *Journées Nationales sur les Composites*, <hal-01621595>.
- Pieuchot, V. (2019). Conception et optimisation de systèmes d'absorption d'énergie à base de composite bio- et pétro-sourcés. *Thèse de doctorat, Université de Bourgogne Franche-Comté*.
- Piquet, A. (2015). Les filières de la déconstruction et du démantèlement\_ Les matériaux composites en Basse-Normandie. [https://www.profilinfo.fr/doc\\_num.php?explnum\\_id=10892](https://www.profilinfo.fr/doc_num.php?explnum_id=10892).
- Poilâne, C., Cherif, Z. E., Richard, F., Vivet, A., & Doudou, B. Ben. (2014). Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material. *Composite Structures*, 112, 100-112. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.01.043>
- Poodts, E., Ghelli, D., Brugo, T., Panciroli, R., & Minak, G. (2015). Experimental

- characterization of a fiber metal laminate for underwater applications. *Composite Structures*, 129, 3646. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.03.046>
- Rabii, H., Schoors, L. Van, Gueguen, M., Davies, P., Matériaux, D., Cpdm, L., & Vallée, M. La. (2015). Impact of hygrothermal ageing of low-density polyethylene / short flax fibre composite on the multi-scale properties. *First International Conference on Bio-based Building Materials*, 33(2), 220-226.
- Ramakrishnan, K. R., Corn, S., Le Moigne, N., Jenny, P., & Slangen, P. (2021). Experimental assessment of low velocity impact damage in flax fabrics reinforced biocomposites by coupled high-speed imaging and DIC analysis. *Composites Part A*, 140, 106-137. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106137>
- Ramesh, M. (2019). Progress in Materials Science Flax ( *Linum usitatissimum* L .) fibre reinforced polymer composite materials : A review on preparation , properties and prospects. *Progress in Materials Science*, 102, 109-166. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.12.004>
- Remery, M., Mascle, C., & Agard, B. (2012). A new method for evaluating the best product end-of-life strategy during the early design phase. *Journal of Engineering Design*, 23(6), 419-441.
- Reyes, G., & Cantwell, W. (2000). The mechanical properties of fibre-metal laminates based on glass fibre reinforced polypropylène. *Advanced Composites Letters*, 9(3), 211-216. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(00\)00002-6](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(00)00002-6)
- Reyes, G., & Kang, H. (2007). Mechanical behavior of lightweight thermoplastic fiber-metal laminates. *Journal of Materials Processing Technology*, 186(1-3), 284-290. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.12.050>
- Robert, M., & Benmokrane, B. (2010). Environmental effects on glass fiber reinforced polypropylene thermoplastic composite laminate for structural applications. *Polymer composites*, 31(4), 604-611. <https://doi.org/10.1002/pc>
- Rouby, D. (2005). Introduction aux matériaux composites - M6 : Propriétés mécaniques des composites dans la pratique des essais. *INSA Lyon*.
- Sadighi, M., Alderliesten, R. C., & Benedictus, R. (2012). Impact resistance of fiber-metal laminates: A review. *International Journal of Impact Engineering*, 49, 77-90. <https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2012.05.006>
- Santiago, R., Cantwell, W., & Alves, M. (2017). Impact on thermoplastic fibre-metal laminates: Experimental observations. *Composite Structures*, 159, 800-817. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.10.011>
- Santos, J. C., Vieira, L. M. G., Freire, R. T. S., André, L., Rubio, J. C. C., & Panzera, T. H. (2018). Evaluation of mechanical properties of low cost FMLs fabricated with coir fibre-reinforced composites. *4th Brazilian Conference on Composite Materials*.
- Scida, D., Assarar, M., Poilâne, C., & Ayad, R. (2013). Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites Part B: Engineering*, 48, 51-58. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.12.010>
- Şen, I. (2015). Lay-up Optimisation of Fibre Metal Laminates. *Thèse de doctorat, Université*

*de technologie de Delf.*

- Shah, D. U., Schubel, P. J., Licence, P., & Clifford, M. J. (2012). Determining the minimum , critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites. *Composites Science and Technology*, 72(15), 1909-1917. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.08.005>
- Sharma, A. P., Khan, S. H., Kitey, R., & Parameswaran, V. (2018). Effect of through thickness metal layer distribution on the low velocity impact response of fiber metal laminates. *Polymer Testing*, 65, 301-312. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.12.001>
- Silva DF, Botelho EC, Ancelotti AC, et al. (2013). Environmental Conditioning Effects on the Mechanical Properties of Titanium Fiber-Metal Laminates. *19th international conference on composite materials*.
- Sinmazçelik, T., Avcu, E., Bora, M. Ö., & Çoban, O. (2011). A review: Fibre metal laminates, background, bonding types and applied test methods. *Materials and Design*, 32(7), 3671-3685. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.03.011>
- Stamboulis, A., Baillie, C. A., Garkhail, S. K., Van Melick, H. G. H., & Peijs, T. (2000). Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix. *Applied Composite Materials*, 7(5-6), 273-294. <https://doi.org/10.1023/A:1026581922221>
- Starikov, R. (2013). Assessment of impact response of fiber metal laminates. *International Journal of Impact Engineering*, 59, 38-45. <https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2013.02.008>
- Strohmann, K., & Hajek, M. (2019). Bilinear approach to tensile properties of flax composites in finite element analyses. *Journal of Materials Science*, 54(2), 1409-1421. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2912-1>
- Subramaniam, K., Malingam, S. D., Feng, N. L., & Bapokutty, O. (2019). The Effects of Stacking Configuration on the Response of Tensile and Quasi-Static Penetration to Woven Kenaf / Glass Hybrid Composite Metal Laminate. *Polymer Composites*, 40(2), 568-577. <https://doi.org/10.1002/pc.24691>
- Teixeira de Freitas, S., Banea, M. D., Budhe, S., & de Barros, S. (2017). Interface adhesion assessment of composite-to-metal bonded joints under salt spray conditions using peel tests. *Composite Structures*, 164, 68-75. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.12.058>
- Tonder, T. Van. (2014). Adhesive Properties of Thermoset Fibre Metal Laminates. *Thèse de doctorat, Cape Town University*.
- Toubal, L., Cuillière, J.-C., Bensalem, K., Francois, V., & Gning, P.-B. (2016). Hygrothermal effect on moisture kinetics and mechanical properties of hemp/polypropylene composite: experimental and numerical studies. *Polymer Composites*, 37(8), 2342-2352. <https://doi.org/10.1002/pc>
- Vasumathi, M., & Murali, V. (2013). Effect of alternate metals for use in natural fibre reinforced fibre metal laminates under bending, impact and axial loadings. *Procedia Engineering*, 64, 562-570. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.09.131>

- Vieira, L. M. G., dos Santos, J. C., Panzera, T. H., Rubio, J. C. C., & Scarpa, F. (2017). Novel fibre metal laminate sandwich composite structure with sisal woven core. *Industrial Crops and Products*, 99, 189-195. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.02.008>
- Violet-surcouf, A. (2016). Recyclage de la ferraille : battre le fer tant qu'il est chaud.
- Vongbunyong, S., & Chen, W. H. (2015). Disassembly automation. *Springer, Cham*, 25-54.
- Wambua, P., Vangrimde, B., Lomov, S., & Verpoest, I. (2007). The response of natural fibre composites to ballistic impact by fragment simulating projectiles. *Composite Structures*, 77(2), 232-240. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2005.07.006>
- Xu, C., Ramani, K., & Kumar, G. (2002). Thermoplastic adhesive bonding of galvanized steel to polypropylene composite and its durability. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 22(3), 187-195. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(01\)00054-9](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(01)00054-9)
- Yan, L., & Chouw, N. (2015). Effect of water, seawater and alkaline solution ageing on mechanical properties of flax fabric/epoxy composites used for civil engineering applications. *Construction and Building Materials*, 99, 118-127. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.09.025>
- Zamani Zakaria, A., Shelesh-nezhad, K., Navid Chakherlou, T., & Olad, A. (2017). Effects of aluminum surface treatments on the interfacial fracture toughness of carbon-fiber aluminum laminates. *Engineering Fracture Mechanics*, 172, 139-151. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.01.004>
- Zhong, Y., & Joshi, S. C. (2015). Response of hygrothermally aged GLARE 4A laminates under static and cyclic loadings. *Materials and Design*, 87, 138-148. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.08.029>
- Zhu, G., Xiao, Y., Yang, Y., Wang, J., Sun, B., & Boom, R. (2012). Recycling of Aluminum from Fibre Metal Laminates. *Shanghai Jiaotong University*, 17(3), 263-267. <https://doi.org/10.1007/s12204-012-1265-1>



# Liste des figures

Figure 1 Exemples de mobiliers urbains ciblés.....	2
Figure 1.1 Stratifié composite/métal (Sadighi et al., 2012).....	5
Figure 1.2 Comparaison des résistances interfaciales obtenues pour les trois types d'adhésifs (Xu et al., 2002).....	8
Figure 1.3 Surfaces de ruptures des plaques d'aluminium et de composite après l'essai simple recouvrement (Gonzalez-Canche et al., 2017) .....	9
Figure 1.4 Courbe force-déplacement typique d'un essai d'impact basse vitesse sur un stratifié hybride composite/métal (Carrillo & Cantwell, 2009).....	10
Figure 1.5 Courbes force-déplacement du composite basalte/polypropylène (C), de l'aluminium (Al) et du stratifié basalte-polypropylène/aluminium (SCM) (Kuan et al., 2011) .....	11
Figure 1.6 Variation de la résistance en traction des configurations 2/1, 3/2 et 4/3 du stratifié hybride verre-polypropylène/aluminium en fonction de l'énergie d'impact (Reyes & Cantwell, 2000) .....	12
Figure 1.7 Courbe typique force-déplacement d'un hybride pour un essai de flexion (Li et al., 2018).....	13
Figure 1.8 Courbe contrainte-déformation de l'hybride SCM aluminium/polypropylène renforcé de fibres polypropylène dans les configurations [Al, 0°/90°] <sub>s</sub> (noir) et [Al,±45°] <sub>s</sub> (gris) (Carrillo & Cantwell, 2009).....	13
Figure 1.9 Corrélation entre la performance en flexion et le rapport L/h : cas du GLARE (Li et al., 2018).....	14
Figure 1.10 SCM après flexion a) SCM 1, b) SCM 2 : délaminage important (Chandrasekar et al., 2016).....	14
Figure 1.11 Diffusion de l'eau absorbée au voisinage de l'interface (Azwa et al., 2013).....	15
Figure 1.12 Évolution de l'absorption d'eau dans un composite lin-époxy aux températures 20 °C et 40 °C à 90% d'humidité relative (Scida et al., 2013).....	16
Figure 1.13 Courbe d'absorption d'eau du chanvre/polypropylène à 20 °C, 40 °C, 60 °C et .	17
Figure 1.14 Évolution de l'absorption d'eau dans le lin-acrylique et le lin-époxy (Chilali et al., 2017).....	18
Figure 1.15 Schéma représentatif des courbes de prise de masse en fonction de la racine carrée du temps (DF : diffusion Fickienne, A, B, C et D : anomalies de diffusion) (Gigliotti et al., 2014).....	19
Figure 1.16 Courbes d'absorption d'eau de l'aluminium, du composite verre/époxy et du SCM GLARE (Botelho et al., 2005) .....	21
Figure 1.17 Courbes d'absorption d'eau du composite kenaf/polypropylène et du SCM correspondant(Ishak et al., 2018) .....	21
Figure 1.18 Micrographies du GLARE non vieilli et vieilli en immersion dans l'eau pendant 4 mois à 80 °C (Zhong & Joshi, 2015).....	23
Figure 1.19 Exemple de cellule de concentration en oxygène (Altmayer, 1995) .....	26
Figure 1.20 Surfaces de rupture de l'acier après un essai de pelage : a) non vieilli, b) après 30 jours de vieillissement, c) après 90 jours de vieillissement (Teixeira de Freitas et al., 2017) .	27
Figure 1.21 Courbes force-déplacement des éprouvettes non vieilles (A0), vieilles pendant 3 semaines (A3), 7 semaines (A7) et 15 semaines (A15). a) carbone-aluminium, b) verre-aluminium (Fiore et al., 2017).....	27

Figure 1.22 Courbe contrainte-déformation pour 0, 10, 30 et 50 cycles (Noor et al., 2017) ...	29
Figure 1.23 État de l'interface du SCM verre-époxy/aluminium-lithium après 0 (a), 250 (b), 500 (c), 750 (d) et 1000 cycles (Li et al., 2016) .....	30
Figure 1.24 Résistance au cisaillement inter-laminaire du SCM verre-époxy/aluminium-lithium après 0, 250, 500 750 et 1000 cycles (Li et al., 2016) .....	30
Figure 1.25 Courbes contrainte-déformation en traction du SCM carbone-PEEK/titane après 0, 250, 500, 750 et 1000 cycles (Hu et al., 2018).....	31
Figure 1.26 Résistance au cisaillement inter-laminaire pour 0, 1000 et 2000 cycles (Adriana et al., 2012).....	32
Figure 1.27 Cycle de vie des métaux recyclés (Galvazinc.com).....	33
Figure 1.28 Evolution du module d'Young (a) et de la résistance en traction (b) de matériaux recyclés (Bourmaud & Baley, 2007).....	34
Figure 1.29 Evolution des propriétés en traction d'un composite lin/PLLA (pour un pourcentage en masse de 20% (BC-20%) et 30% (BC-30%) de fibres) en fonction des cycles d'injection : a) module, b) résistance à la rupture, c) déformation à la rupture (Davies et al., 2008).....	35
Figure 2.1 Photo du Flaxpreg T-UD .....	41
Figure 2.2 Photo du Flaxply BL300.....	42
Figure 2.3 Photo du Nattex .....	43
Figure 2.4 Photo de la presse de thermocompression Fontijne Grotnes TPC 321 utilisée pour fabriquer les plaques composites et hybrides .....	44
Figure 2.5 Cycle de cuisson utilisé pour la fabrication des hybrides Flaxpreg T-UD .....	45
Figure 2.6 Représentation schématique de la stratification des hybrides avec et sans film adhésif .....	46
Figure 2.7 Représentation schématique de la stratification des hybrides de configuration 2/1 et 3/2.....	47
Figure 2.8 Composite Nattex .....	49
Figure 2.9 Cycle de cuisson utilisé pour la fabrication des composites Nattex (Nat) et des hybrides Nattex (Nat-CS-2/1-0,2) .....	49
Figure 2.10 Plaques de composite et d'hybride fabriquées à partir du Nattex.....	50
Figure 2.11 Dispositifs de flexion trois points .....	54
Figure 2.12 Dispositif de flexion quatre points.....	54
Figure 2.13 Flexion sur appuis rapprochés .....	56
Figure 2.14 Machine d'impact Instron Dynatup 9250HV .....	57
Figure 2.15 Courbe force-déplacement typique d'un essai d'impact.....	57
Figure 2.16 Microscope électronique à balayage JEOL JSM-7600F.....	59
Figure 2.17 Image donnant la vue de la tranche sur laquelle le coefficient de dilatation a été mesuré .....	60
Figure 2.18 Principe de la chromatographie d'exclusion stérique .....	62
Figure 2.19 Élément de stratifié (Berthelot, 2010).....	64
Figure 2.20 Poutre en matériau sandwich (Binétruy, 2019) .....	67
Figure 2.21 Flèche d'une poutre sandwich en flexion : a) flèche due au moment fléchissant, b) flèche due aux contraintes de cisaillement de l'âme (Binétruy, 2019) .....	68
Figure 3.1 Courbe de traction sur l'acier K41X.....	72
Figure 3.2 Courbes de traction sur le Nattex dans le sens chaîne .....	75
Figure 3.3 Courbes de traction sur le Nattex dans le sens trame.....	76
Figure 3.4 Courbes de traction à 45° sur le Nattex .....	76

Figure 3.5 Comportement et propriétés en flexion des éprouvettes UD-CS-2/1-0,2 (SF) (sans film) et UD-CS-2/1-0,2 (AF) (avec film) : a) courbe force-déplacement, b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à $\sigma_{max}$ .....	79
Figure 3.6 Faciès de rupture des éprouvettes de flexion : a) UD-CS-2/1-0,2 (SF), b) UD-CS-2/1-0,2 (AF).....	79
Figure 3.7 Comportement et propriétés à l'impact des éprouvettes hybrides UD-CS-2/1-0,2 (SF) (sans film) et UD-CS-2/1-0,2 (AF) (avec film) : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J .....	80
Figure 3.8 Faces inférieures après impact à 10, 20 et 50 J : a) hybride UD-CS-2/1-0,2 (SF), b) hybride UD-CS-2/1-0,2 (AF) .....	80
Figure 3.9 Comportement et propriétés en flexion des hybrides UD-QI-2/1-0,2 (empilement quasi-isotrope) et UD-CS-2/1-0,2 (empilement croisé) : a) courbes force -déplacement, b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à $\sigma_{max}$ .....	82
Figure 3.10 Comparaison des séquences d'empilement à l'impact : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J .....	82
Figure 3.11 Surfaces inférieures après impact à 10, 20 et 50 J : a) hybride UD-QI-2/1-0,2, b) hybride UD-CS-2/1-0,2 .....	83
Figure 3.12 Comportement et propriétés en flexion des UD-CS-2/1-0,3 (hybride UD configuration 2/1) et UD-CS-3/2-0,2 (hybride UD configuration 3/2) : a) courbe force -déplacement b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à $\sigma_{max}$ .....	85
Figure 3.13 Rupture de l'hybride UD-CS-2/1-0,3 lors de l'essai de flexion : a) après la rupture, b) zone de rupture. ....	85
Figure 3.14 Faciès de rupture des éprouvettes de flexion UD-CS-3/2-0,2 .....	86
Figure 3.15 Comparaison des configurations UD à l'impact : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J .....	86
Figure 3.16 Faciès de rupture après impact : a) coupes de la zone impactée à 10 J, b) coupes de la zone impactée à 20 J.....	86
Figure 3.17 Coupes de la zone impactée après impact à 50 J des hybrides UD-CS-2/1-0,3 et UD-CS-3/2-0,2 .....	87
Figure 3.18 Comportement et propriétés en flexion des hybrides T-CS-2/1-0,3 (hybride tissu configuration 2/1) et T-CS-3/2-0,2 (hybride tissu configuration 3/2) : a) courbes force -déplacement b) modules en flexion, c) résistances en flexion, d) déformations à $\sigma_{max}$ .....	88
Figure 3.19 Comparaison des configurations tissu à l'impact : a) courbes force-déplacement, b) forces maximales pour des impacts à 10, 20 et 50 J .....	89
Figure 3.20 Coupes de la zone impactée après impact à 50 J des hybrides T-CS-2/1-0,3 et T-CS-3/2-0,2 .....	89
Figure 3.21 Courbes force-déplacement des hybrides utilisés pour la confrontation des résultats expérimentaux aux résultats théoriques .....	91
Figure 3.22 Comparaison de la raideur expérimentale avec les raideurs théoriques des hybrides fabriqués à partir de composite lin-époxy .....	91
Figure 3.23 Courbes contrainte-déformation en flexion du Nat-CS-2/1-0,2 .....	94
Figure 3.24 Faciès de rupture après flexion du Nat-CS-2/1-0,2 .....	95
Figure 3.25 Courbes force-déplacement à l'impact du Nat-CS-2/1-0,2.....	95
Figure 3.26 Eprouvettes d'hybrides Nat-CS-2/1-0,2 après impact .....	96
Figure 3.27 Comparaison de la raideur en flexion expérimentale avec les raideurs théoriques dans le cas de l'hybride Nat-CS-2/1-0,2 .....	96
Figure 3.28 Graphe de Morris : cas des hybrides à matrice thermodurcissable.....	99

Figure 3.29 Graphe de Sobol –indices principaux : cas des hybrides à matrice thermodurcissable.....	100
Figure 3.30 Graphe de Sobol –indices totaux : cas des hybrides à matrice thermodurcissable .....	100
Figure 3.31 Graphe de Morris : Cas des hybrides à matrice thermoplastique .....	102
Figure 3.32 Graphe de Sobol –indices principaux : cas des hybrides à matrice thermoplastique .....	103
Figure 3.33 Graphe de Sobol –indices totaux : Cas des hybrides à matrice thermoplastique	104
Figure 3.34 Dilatogramme sur le Nattex .....	110
Figure 3.35 Comparaison des matériaux hybrides avec les monomatériaux sur la base du paramètre P.....	111
Figure 3.36 Faciès après impact à 15, 30 et 45 J.....	112
Figure 4.1 Photo des équipements utilisés pour le vieillissement hydrothermique : a) bac utilisé pour le vieillissement des coupons, b) thermocryostat utilisé pour les grandes éprouvettes dédiées aux essais mécaniques.....	117
Figure 4.2 Images MEB des tranches des coupons : a) découpe jet d'eau, b) découpe laser	118
Figure 4.3 Etat des coupons avant et après vieillissement hydrothermique pendant 79 jours environ : a) échantillon découpé au jet d'eau, b) échantillon découpé au laser .....	118
Figure 4.4 Prise de masse des petits échantillons de composite découpés au laser et au jet d'eau .....	119
Figure 4.5 Effet du vieillissement hydrothermique sur l'aspect physique des composites Nat : a) aspect initial, b) aspect au cours du vieillissement, c) aspect après séchage à l'ambiante	120
Figure 4.6 Prise de masse des échantillons de composite à géométrie type flexion et impact .....	121
Figure 4.7 Variation des épaisseurs d'éprouvettes composites pendant le vieillissement .....	122
Figure 4.8 Courbes contrainte-déformation en flexion du composite Nat à différents temps de vieillissement hydrothermique .....	123
Figure 4.9 Evolution de la rigidité (a.), de la résistance (b.) et de la déformation à rupture (c.) du composite Nat au cours du vieillissement hydrothermique.....	124
Figure 4.10 Eprouvettes composites non vieilles après flexion .....	125
Figure 4.11 Etat après flexion des éprouvettes composites vieilles en immersion : a) 10 jours, b) 30 jours, c) 50 jours, d) 177 jours .....	125
Figure 4.12 Courbes force-déplacement d'impact du composite Nat à différents temps de vieillissement hydrothermique .....	126
Figure 4.13 Evolution de la force maximale d'impact et de l'énergie absorbée du composite au cours du vieillissement hydrothermique.....	127
Figure 4.14 Faciès de rupture après impact sur composites : a) non vieilli, b) vieilli pendant 10 jours, c) vieilli pendant 30 jours, d) vieilli pendant 50 jours, e) vieilli pendant 177 jours ....	127
Figure 4.15 Aspect des éprouvettes hybrides pendant le vieillissement hydrothermique.....	128
Figure 4.16 Superposition des courbes de prise de masse des échantillons hybrides et composites à géométrie type flexion et impact .....	129
Figure 4.17 Variation des épaisseurs d'éprouvettes composites et hybrides pendant le vieillissement.....	130
Figure 4.18 Courbes contrainte-déformation en flexion de l'hybride à différents temps de vieillissement hydrothermique .....	131
Figure 4.19 Etat des éprouvettes hybrides après flexion : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 177 jours.....	132

Figure 4.20 Images MEB sur éprouvettes hybrides après flexion : a) non vieillie, b) vieillie pendant 30 jours, c) zoom dans la zone délaminée de l'éprouvette vieillie pendant 30 jours	133
Figure 4.21 Evolution de la rigidité (a.), de la résistance (b.) et de la déformation à rupture (c.) de l'hybride au cours du vieillissement hydrothermique .....	134
Figure 4.22 Courbes force-déplacement d'impact de l'hybride à différents temps de vieillissement hydrothermique .....	135
Figure 4.23 Evolution de la force maximale d'impact et de l'énergie absorbée de l'hybride au cours du vieillissement hydrothermique .....	135
Figure 4.24 Faciès de rupture après impact sur hybrides : a) non vieilli, b) vieilli pendant 10 jours, c) vieilli pendant 30 jours, d) vieilli pendant 177 jours .....	135
Figure 4.25 Etuve utilisée pour le vieillissement thermique .....	137
Figure 4.26 Etat des coupons avant et après vieillissement thermique pendant 79 jours .....	138
Figure 4.27 Evolution de l'aspect physique d'une éprouvette de dimensions 100 x 100 mm <sup>2</sup> pendant le vieillissement thermique : a) non vieillie, b) vieillie pendant 53 jours, c) vieillie pendant 78 jours .....	138
Figure 4.28 Images prises sur la zone 1 de l'éprouvette composite vieillie pendant 78 jours : .....	139
Figure 4.29 Images prises sur la zone 2 de l'éprouvette composite vieillie pendant 78 jours : .....	140
Figure 4.30 Evolution de l'aspect physique des éprouvettes composites pendant le vieillissement thermique : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 50 jours, e) vieilles pendant 252 jours .....	141
Figure 4.31 Evolution de l'aspect physique du polypropylène seul pendant le vieillissement thermique : a) non vieilli, b) vieilli pendant 11 jours, c) vieilli pendant 40 jours, d) vieilli pendant 57 jours .....	142
Figure 4.32 Bandes d'absorbance du composite non vieilli, de la zone claire et jaunie du polypropylène vieilli .....	142
Figure 4.33 Courbes de perte de masse des composites Nat pendant le vieillissement thermique.....	144
Figure 4.34 Courbes contrainte-déformation en flexion du composite Nat à différents temps de vieillissement thermique.....	145
Figure 4.35 Evolution de la rigidité (a.), de la résistance (b.) et de la déformation à rupture (c.) du composite Nat au cours du vieillissement thermique .....	145
Figure 4.36 Faces supérieures des éprouvettes composites après flexion : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 50 jours, .....	146
Figure 4.37 Faces inférieures des éprouvettes composites après flexion : a) non vieilles, b) vieilles pendant 10 jours, c) vieilles pendant 30 jours, d) vieilles pendant 50 jours, e) vieilles pendant 252 jours.....	147
Figure 4.38 Images MEB réalisées sur la zone fissurée des éprouvettes composites : a) non vieillie, b) vieillie pendant 30 jours.....	148
Figure 4.39 Courbes force-déplacement d'impact du composite Nat à différents temps de vieillissement thermique .....	148
Figure 4.40 Evolution de la force maximale d'impact et de l'énergie absorbée du composite au cours du vieillissement thermique .....	149
Figure 4.41 Faces supérieures des éprouvettes composites après impact : a) non vieillie, b) vieillie pendant 10 jours, c) vieillie pendant 30 jours, d) vieillie pendant 50 jours, e) vieillie pendant 252 jours .....	149

Figure 4.42 Eprouvettes hybrides décollées après moins de deux jours de vieillissement thermique.....	150
Figure 4.43 Courbes force-déplacement d'essais simple recouvrement réalisés à température ambiante et à 100 °C .....	151

# Liste des tableaux

Tableau 1.1 Quelques conditions d'essais d'impact sur les SCM issues de la littérature.....	10
Tableau 1.2 Coefficients de diffusion du composite chanvre/polypropylène en immersion aux températures 20 °C, 40 °C, 60 °C, et 80 °C .....	17
Tableau 1.3 Prise de masse à l'équilibre des composites lin-acrylique et lin-époxy après immersion dans de l'eau à température ambiante (Chilali et al., 2017).....	18
Tableau 1.4 Comportement de la diffusion de l'eau dans les SCM (Chandrasekar & Jawaid, 2017 ; Scida et al., 2013).....	22
Tableau 1.5 Changement des propriétés mécaniques des SCM à fibres synthétiques après vieillissement hygrothermique (Chandrasekar & Jawaid, 2017) .....	24
Tableau 1.6 Quelques résultats issus de la littérature sur des essais au brouillard salin .....	28
Tableau 2.1 Composition chimique acier 1.4310.....	40
Tableau 2.2 Composition chimique acier K41X.....	40
Tableau 2.3 Nomenclature des aciers.....	41
Tableau 2.4 Films adhésifs utilisés .....	43
Tableau 2.5 Détails sur la stratification des hybrides sans film et avec film .....	46
Tableau 2.6 Détails sur la stratification des hybrides croisés et quasi-isotropes .....	46
Tableau 2.7 Détails sur la stratification des hybrides de configuration 2/1 et 3/2 UD .....	47
Tableau 2.8 Détails sur la stratification des hybrides de configuration 2/1 et 3/2 tissu.....	48
Tableau 2.9 Détails sur la stratification des matériaux fabriqués à partir du Nattex .....	50
Tableau 2.10 Récapitulatif des différents matériaux étudiés .....	51
Tableau 2.11 Détails sur les stratifications des éprouvettes de flexion.....	53
Tableau 2.12 Détails sur les stratifications des éprouvettes d'impact.....	58
Tableau 2.13 Détail du protocole expérimental utilisé pour les essais de dilatométrie .....	61
Tableau 2.14 Valeurs des constantes $B_1$ et $B_2$ pour la flexion des poutres en matériau sandwich (Binétruy, 2019) .....	69
Tableau 3.1 Paramètres élastiques de l'acier K41X.....	73
Tableau 3.2 Paramètres élastiques de l'acier 1.4310 .....	73
Tableau 3.3 Paramètres élastiques du Flaxpreg T-UD.....	74
Tableau 3.4 Paramètres élastiques du Flaxply BL 300 .....	74
Tableau 3.5 Paramètres élastiques du Nattex.....	77
Tableau 3.6 Paramètres élastiques des aciers.....	77
Tableau 3.7 Paramètres élastiques des composites .....	77
Tableau 3.8 Stratification des hybrides utilisés pour la confrontation des résultats expérimentaux aux résultats théoriques .....	90
Tableau 3.9 Propriétés en flexion des hybrides Nat-CS-2/1-0,2.....	94
Tableau 3.10 Valeurs nominales et variations des paramètres d'entrée : cas des matériaux hybrides à matrice thermodurcissable .....	98
Tableau 3.11 Classement des paramètres à partir de la méthode de Morris .....	99
Tableau 3.12 Classement des paramètres à partir des indices principaux et totaux de Sobol	101
Tableau 3.13 Valeurs nominales et variations des paramètres d'entrée : cas des matériaux hybrides à matrice thermoplastique.....	102
Tableau 3.14 Classement des paramètres à partir de la méthode de Morris .....	103
Tableau 3.15 Classement des paramètres à partir des indices principaux et totaux de Sobol	104

Tableau 3.16 Détails sur les matériaux HMTD et HMTP générés à l'aide de la théorie des stratifiés .....	106
Tableau 3.17 Masses volumiques des constituants et masses volumiques équivalentes des matériaux hybrides générés .....	106
Tableau 3.18 Valeurs des masses volumiques $\rho$ , des rigidités en flexion D et des rigidités spécifiques $D/\rho$ des matériaux générés .....	107
Tableau 3.19 Estimation du prix au $m^2$ des hybrides .....	107
Tableau 3.20 Propriétés élastiques du polypropylène .....	109
Tableau 3.21 Détails sur les matériaux hybrides Nat-CS-2/1-0,2 et PP-2/1-0,2.....	109
Tableau 3.22 Rigidités en flexion théoriques des matériaux hybrides Nat-CS-2/1-0,2 et PP-2/1-0,2 .....	110
Tableau 3.23 Modules et masses volumiques des hybrides et monomatériaux comparés.....	111
Tableau 4.1 Durées de vieillissement et caractéristiques des coupons vieillis en immersion	116
Tableau 4.2 Durées de vieillissement et caractéristiques des éprouvettes vieilles en immersion.....	116
Tableau 4.3 Prise de masse des composites à géométrie flexion et impact aux différentes durées de vieillissement .....	121
Tableau 4.4 Durées de vieillissement et caractéristiques des coupons vieillis thermiquement .....	136
Tableau 4.5 Durées de vieillissement et caractéristiques des éprouvettes vieilles thermiquement.....	137



**Titre :** Vieillessement de matériaux hybrides composites biosourcés/métal sous sollicitations thermiques et hydriques. Application au développement de mobiliers urbains ultra légers et durables

**Mots clés :** Matériaux hybrides composites/métal, matériaux biosourcés, assemblage, durabilité

**Résumé :** Dans les perspectives de la ville future, le recours progressif aux véhicules autonomes semble devenir incontournable. La préparation d'un cadre adéquat pour le déploiement de cette future mobilité représente ainsi un enjeu important. Ceci nécessite de revisiter les infrastructures urbaines des villes depuis le choix du matériau jusqu'à la conception, et à proposer des solutions basées sur du mobilier urbain mobile. Face à ce défi, les solutions hybrides composites /métal présentent des caractéristiques intéressantes. Dans une logique de minimisation de l'impact environnemental, l'intégration de composites biosourcés dans de telles structures hybrides semble pertinente. L'objectif de cette thèse est ainsi de concevoir et mettre en oeuvre des matériaux hybrides innovants composites biosourcés/métal et d'évaluer leurs performances mécaniques et leur durabilité, en vue d'application pour du mobilier urbain.

Deux familles de matériaux hybrides sont étudiées dans ce travail, acier/lin-époxy et acier/lin-polypropylène. Pour l'hybride acier/lin-époxy, l'influence de certains aspects tels que la méthode d'assemblage composite/métal, la stratification des couches composites, et la structuration de

l'hybride sur les performances mécaniques en flexion trois points et à l'impact a été évaluée. La structuration de l'hybride apparaît comme le paramètre le plus influent sur les propriétés mesurées. Les résultats montrent également que les solutions hybrides étudiées présentent des propriétés supérieures à la plupart des solutions monomatériaux généralement utilisées pour le mobilier urbain.

Des matériaux hybrides acier/lin-polypropylène et composites lin/polypropylène ont été soumis à des vieillissements hydrothermique et thermique accélérés. Le vieillissement hydrothermique entraîne la chute des propriétés en flexion et à l'impact du composite, ainsi qu'une dégradation de ce dernier. Au niveau de l'hybride, une réelle chute n'a été observée qu'au niveau des propriétés en flexion. Le composite de l'hybride se dégrade également, mais le phénomène est atténué par la présence des couches métalliques. Le vieillissement thermique entraîne quant à lui le jaunissement et la fragilisation du composite par thermo-oxydation. Il s'ensuit une chute non négligeable des propriétés en flexion et à l'impact du composite sur le long terme. Au niveau de l'hybride, l'interface est sévèrement affectée par le vieillissement; on assiste au délaminage du matériau après moins de deux jours de vieillissement.

**Title:** Thermal and hydrothermal ageing of bio-based composite/metal hybrid materials. Application to the development of ultra-light and durable street furniture

**Keywords:** Fibre metal laminates, bio-based materials, assembly, sustainability

**Abstract:** In the perspectives of the future city, the progressive use of autonomous vehicles seems to become unavoidable. The preparation of an adequate framework for the deployment of this future mobility represents an important issue. This requires revisiting the urban infrastructures of cities from the choice of material to the design, and to propose solutions based on mobile street furniture. Faced with this challenge, hybrid materials such as fibre metal laminates (FML) present interesting characteristics. FML made of plant fibre composites are of particular interest to minimize their environmental impact. Thus, the objective of this thesis is to design and manufacture plant fibre metal laminates and assess their mechanical performance and durability in view of their use for street furniture.

Two families of hybrid materials are studied, namely steel/flax-epoxy and steel/flax-polypropylene. For the steel/flax-epoxy hybrid material, the influence of some aspects such as the composite/metal assembly method, the lamination of the composite layers, and the structuring of

the hybrid was evaluated on the mechanical performances using three-point bending and impact tests. The structuring of the hybrid is the most influential parameter on the measured properties. The results also show that the developed hybrid solutions have superior properties when compared to most of the mono-material solutions generally used for street furniture.

Steel/flax-polypropylene hybrids and flax/polypropylene composites were subjected to accelerated hydrothermal and thermal ageing. Hydrothermal ageing leads to a drop in the flexural and impact properties of the composite, as well as a degradation of the latter. For the hybrid, a real drop was only observed in the flexural properties. The composite of the hybrid also degrades, but the phenomenon is attenuated by the presence of the metallic layers. Thermal ageing leads to yellowing and embrittlement of the composite by thermo-oxidation. This results in a significant drop in the bending and impact properties of the composite over the long term. At the hybrid level, the interface is severely affected by aging; the material is delaminated after less than two days of aging.