



**HAL**  
open science

# Comportement dynamique des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques : étude de la sensibilité à la vitesse de déformation

Franck Guillou

► **To cite this version:**

Franck Guillou. Comportement dynamique des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques : étude de la sensibilité à la vitesse de déformation. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2024. Français. NNT : 2024EMAC0004 . tel-04818760

**HAL Id: tel-04818760**

**<https://theses.hal.science/tel-04818760v1>**

Submitted on 4 Dec 2024

**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.



# THÈSE



En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par

IMT – École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

**Franck GOUILLOU**

le 12 novembre 2024

Titre :

**Comportement dynamique des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques : étude de la sensibilité à la vitesse de déformation**

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

MEGEP : Génie Mécanique, Mécanique des matériaux

**Unité de recherche :**

Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

**Directeurs de thèse :**

Jean-François FERRERO, Professeur, Université Paul Sabatier Toulouse

Olivier DE ALMEIDA, Maître assistant, IMT Mines Albi

**Autres membres du jury**

Laurent GORNET, Professeur, Centrale Nantes, Rapporteur

Benoit VIEILLE, Professeur, INSA Rouen, Rapporteur

Valentina LOPRESTO, Professeure, Université de Naples, Examinatrice

Frédéric DAU, Professeur, Arts et Métier ParisTech, Président

Pablo NAVARRO, Maître de conférences HDR, Université Paul Sabatier, Examineur

Steven MARGUET, Maître de conférences HDR, Université Paul Sabatier, Examineur

Dominique SCHUSTER, Responsable Matériaux, Airbus, Invitée

## Remerciements

---

Pour commencer je tiens à exprimer ma gratitude envers mon employeur Airbus et en particulier Dominique Schuster pour m'avoir offert l'opportunité de m'immerger dans cette thèse, inscrite dans le cadre du plan France Relance. Leur soutien indéfectible a fait de ce projet, qui était pour moi un rêve lointain, une réalité palpable.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance à tous les membres du jury. Tout d'abord, je remercie sincèrement mes deux rapporteurs, M. Laurent Gornet et M. Benoit Vieille, pour avoir accepté d'examiner ce long manuscrit avec une grande attention et un réel intérêt. Je tiens également à remercier M. Frédéric Dau pour avoir présidé le jury, ainsi que Mme Valentina Lopresto pour sa participation.

Je souhaite exprimer ma profonde estime envers mon directeur de thèse, Jean-François Ferrero, qui m'a non seulement accueilli au sein de son laboratoire de recherche, mais a également élargi ma vision de la recherche. Il a su me guider à travers les nuances qui distinguent l'ingénieur que j'étais du chercheur que j'aspire à devenir, en introduisant des méthodes et des approches nouvelles auxquelles je n'avais même pas envisagé l'existence. Ces instants de partage sur nos racines géographiques communes, qui sont indéniablement les plus belles au monde, ont été des moments extrêmement plaisants. Cependant, je ne peux m'empêcher de ressentir un certain soulagement que l'Amoco Cadiz ait choisi d'échouer dans ta commune plutôt que dans la mienne, confirmant ainsi son nom prédestiné et laissant la palme d'or à la mienne. Un merci spécial à mon co-directeur de thèse, Olivier De Almeida, pour avoir éveillé en moi l'intérêt pour la science des polymères, une discipline qui, à première vue, semblait moins flamboyante et attrayante par rapport à la dynamique rapide et aux impacts mais qui s'est révélée être des plus passionnantes. Tes conseils précieux ont été la boussole qui a guidé mes recherches. Pablo Navarro, ta disponibilité et ton expertise inestimable en mécanique, essais dynamiques et simulation numérique ont éclairé le chemin de mes nombreuses interrogations. À Steven Marguet, ma gratitude pour ton incroyable compréhension des lois de comportement et pour m'avoir ouvert les portes d'un monde fascinant. Nathalie, merci pour ton aide indispensable. Le laboratoire de l'ICA de Toulouse ne serait pas le même sans ta contribution. À Louison et Olivier C, merci pour vos supports lors des essais dynamiques, qui semblaient parfois tout droit sortis d'un film de science-fiction. Grâce à vous, j'ai pu mener à bien des campagnes expérimentales en dynamique rapide, relevant le défi avec enthousiasme.

Un sincère merci à mes deux enfants Callie et Enzo qui ont supporté et accepté de me voir, cartable à la main et arborant une carte étudiante à mon âge. J'espère que le spectacle de votre père retournant sur les bancs d'école suscitera en vous le désir de poursuivre avec succès votre parcours scolaire... qu'en dis-tu, Enzo ? Un merci tout spécial à mes parents pour leurs encouragements inébranlables et leur force dans les moments de doute. Papa, j'espère que tu accepteras le kilométrage de ma voiture sans broncher après ces trois années de longs trajets aller-retour jusqu'au labo ! Après tout, c'est le prix à payer pour la science, non ? Enfin je tiens à remercier chaleureusement ma compagne, Marie-Laure, qui a su être là dans les nombreux moments difficiles et me supporter, même quand j'étais probablement insupportable. Son amour et sa patience mériteraient une médaille d'or !

## Table des matières

---

Partie I. Introduction .....	27
I.1. Contexte et enjeux.....	27
I.2. Objectifs de la recherche.....	28
I.3. Organisation de la thèse .....	29
I.4. Organisation du manuscrit.....	30
Partie II. Eléments bibliographiques .....	32
II.1. Les fibres naturelles .....	32
II.1.1. Généralités et classifications .....	32
II.1.2. Les fibres végétales.....	34
II.1.2.1. Compositions chimiques .....	34
II.1.2.1.1. La cellulose.....	34
II.1.2.1.2. L'hémicellulose.....	35
II.1.2.1.3. La lignine.....	36
II.1.2.1.4. Les pectines.....	37
II.1.2.2. Propriétés mécaniques des fibres végétales .....	37
II.1.2.3. Sensibilité thermique des fibres végétales.....	39
II.1.3. Les fibres de lin.....	41
II.1.3.1. Généralités.....	41
II.1.3.2. Structure du lin .....	43
II.1.3.3. Propriétés mécaniques du lin : de la fibre unitaire à la fibre technique.....	44
II.1.3.3.1. La fibre unitaire de lin .....	44
II.1.3.3.2. La fibre technique de lin .....	47
II.1.3.4. Sensibilité à la température du lin .....	48
II.1.3.5. Sensibilité à la vitesse de déformation des fibres de lin.....	50
II.1.4. Les renforts de bambou .....	52
II.1.4.1. Généralités.....	52
II.1.4.2. Structure du bambou .....	53
II.1.4.3. Propriétés mécaniques du bambou.....	54
II.1.4.4. Sensibilité à la température du bambou .....	56
II.1.4.5. Sensibilité à la vitesse de déformation du bambou .....	57

II.1.5. Les fibres minérales de basalte .....	59
II.1.5.1. Généralités.....	59
II.1.5.2. Propriétés mécaniques et thermiques des fibres de basaltes.....	61
II.1.5.3. Sensibilité à la vitesse de déformation des fibres de basaltes.....	63
II.2. Les polymères thermoplastiques .....	65
II.2.1. Généralités.....	65
II.2.2. Analyses Dynamiques Mécanique (Dynamic Mechanical Analysis, DMA).....	69
II.2.2.1. Fondements méthodologiques .....	69
II.2.2.2. Principe de superposition temps température .....	71
II.2.3. Le Polyamide 11 (PA11).....	73
II.2.3.1. Formulation du PA11 .....	73
II.2.3.2. Propriétés mécaniques du PA11 .....	74
II.2.3.3. Sensibilité à la température du PA11.....	75
II.2.3.4. Sensibilité à la vitesse de déformation du PA11 .....	77
II.2.4. La résine ELIUM .....	78
II.2.4.1. Formulation de l'ELIUM.....	78
II.2.4.2. Propriétés mécaniques de l'ELIUM .....	79
II.2.4.3. Sensibilité à la température de l'ELIUM.....	81
II.2.4.4. Sensibilité à la vitesse de déformation de l'ELIUM .....	82
II.3. Matériaux composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques.....	84
II.3.1. Méthode de mises en œuvre des composites à fibres naturelles .....	84
II.3.1.1. Mise en œuvre par thermocompression .....	85
II.3.1.2. Mise en œuvre par infusion .....	87
II.3.2. Comportements mécaniques des composites sous sollicitations statiques.....	89
II.3.3. Comportements mécaniques des composites sous sollicitations dynamiques .....	94
II.3.4. Sensibilités à la vitesse de déformations des composites à fibres naturelles.....	97
II.3.4.1. Composites à renforts de bambou .....	97
II.3.4.2. Composites à fibres de lin.....	98
II.3.4.3. Composites à fibres de basalte .....	100
Bilan de la Partie II .....	103
Partie III. Matériaux et mises en œuvre .....	104

III.1. Fibres et polymères sélectionnés pour l'étude .....	104
III.1.1. Les rubans de bambou.....	104
III.1.2. Les fibres de lin.....	105
III.1.3. Les fibres de basalte.....	106
III.1.4. Les polymères.....	107
III.2. Fabrications des plaques par thermocompression .....	108
III.2.1. Le pilote EDyCO.....	108
III.2.2. Paramètres utilisés pour la fabrication des composites par thermocompression.....	109
III.2.2.1. Plaques composites Bambou/PA11 .....	110
III.2.2.2. Plaques composites Lin/PA11 .....	111
III.2.2.3. Plaques composites Basaltes/PA11 .....	112
III.3. Fabrications des plaques par infusion.....	114
III.3.1.1. Plaques composites Bambou/ELIUM.....	115
III.3.1.2. Plaques composites Lin/ELIUM.....	115
III.3.1.3. Plaques composites Basalte/ELIUM .....	116
Bilan de la Partie III.....	117
Partie IV. Caractérisations statiques et quasi-statiques .....	118
IV.1. Polymères purs .....	118
IV.1.1. Le Polyamide 11 (PA11) .....	119
IV.1.2. L'ELIUM 188 XO .....	120
IV.2. Fibres sèches .....	121
IV.2.1. Les rubans de bambou .....	121
IV.2.2. Les fibres techniques de lin .....	125
IV.2.3. Les fibres techniques de basaltes .....	126
IV.3. Composites.....	128
IV.3.1. Composites 8 plis à 0° .....	129
IV.3.1.1. Composites renforcés de ruban de bambou.....	129
IV.3.1.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin .....	130
IV.3.1.3. Composites renforcés de fibres techniques de basaltes .....	131
IV.3.2. Composites 8 plis à $\pm 45^\circ$ .....	133
IV.3.2.1. Composites renforcés de ruban de bambou.....	134

IV.3.2.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin .....	135
IV.3.2.3. Composites renforcés de fibres techniques de basalte.....	136
IV.4. Lois des mélanges.....	137
IV.4.1. Composites à rubans de bambou .....	139
IV.4.1.1. Composites Bambou/PA11 .....	139
IV.4.1.2. Composites Bambou/ELIUM .....	141
IV.4.2. Composites à fibres techniques de lin.....	142
IV.4.2.1. Composite Lin/PA11.....	142
IV.4.2.2. Composite Lin/ELIUM .....	144
IV.4.3. Conclusion de l'utilisation de la loi des mélanges .....	145
Bilan de la Partie IV .....	147
Partie V. Analyses mécaniques dynamiques DMA.....	148
V.1. Dispositif expérimental.....	148
V.2. Essais dynamiques DMA sur résines seules.....	149
V.2.1. Détermination des températures de transition vitreuse .....	149
V.2.1.1. Polymère PA11 .....	149
V.2.1.2. Résine ELIUM 188 XO .....	149
V.2.2. Equivalence temps-température.....	150
V.2.2.1. Polymère PA11 .....	150
V.2.2.2. Résine ELIUM 188 XO .....	151
V.3. Estimation de la sensibilité à la vitesse de déformation par DMA.....	153
V.3.1. Etudes des polymères seuls.....	155
V.3.1.1. Le polyamide 11 (PA11).....	155
V.3.1.2. La résine ELIUM 188 XO .....	156
V.3.2. Etudes des fibres seules .....	157
V.3.2.1. Les rubans de bambou.....	157
V.3.2.2. Les fibres techniques de lin.....	159
V.3.2.3. Les fibres techniques de basalte .....	160
V.3.3. Etudes des composites.....	161
V.3.3.1. Composites à renforts de bambou.....	162
V.3.3.2. Composites à renforts de lin.....	163

V.3.3.3. Composites à renforts de basalte .....	164
Bilan de la Partie V.....	166
Partie VI. Méthodes expérimentales et numériques sélectionnées pour la caractérisation en dynamique rapide .....	167
VI.1. Introduction aux essais sur tour de chute.....	168
VI.2. Méthode d'identification inverse.....	173
VI.3. Présentations et modélisations des tours de chutes .....	174
VI.3.1. Dispositif de Traction Dynamique (DTD) .....	175
VI.3.1.1. Présentation du dispositif expérimental DTD .....	175
VI.3.1.2. Modélisation et validation du DTD .....	176
VI.3.1.3. Études de sensibilité des paramètres du DTD sur la vitesse de déformation ....	179
VI.3.1.3.1. Influence de la vitesse d'impact.....	179
VI.3.1.3.2. Influence de la masse de l'impacteur .....	180
VI.3.1.3.3. Influence de la rigidité de la barre.....	181
VI.3.1.3.4. Influence de la densité de la barre.....	182
VI.3.2. Tour de chute « montage double cadre ».....	184
VI.3.2.1. Présentation du moyen expérimental « montage double cadre ».....	184
VI.3.2.2. Modélisation et validation du « montage double cadre » .....	185
Bilan de la Partie VI.....	188
Partie VII. Développement d'une loi matériau utilisateur.....	189
VII.1. Introduction aux lois matériaux avec effet de la vitesse de déformation .....	189
VII.2. Formulation théorique de la loi matériau retenue.....	193
VII.3. Validations numériques.....	197
VII.3.1. Validation sur modèles élémentaires .....	197
VII.3.1.1. Composite à 0° .....	198
VII.3.1.2. Composite à ±45° .....	201
VII.3.1.3. Composite à 90° .....	203
VII.3.2. Identification et validation sur les modèles des tours de chute .....	205
VII.3.2.1. Composite à 0° .....	205
VII.3.2.2. Composite à 90° .....	207
VII.3.2.3. Composite à ±45° .....	208
Bilan de la Partie VII .....	209

Partie VIII. Campagnes expérimentales dynamiques rapides .....	210
VIII.1. Polymères purs .....	210
VIII.1.1. Résine ELIUM 188 XO.....	210
VIII.1.2. Matrice PA11.....	212
VIII.1.3. Conclusion des essais dynamiques sur les deux polymères .....	214
VIII.2. Fibres sèches.....	215
VIII.2.1. Rubans de Bambou .....	215
VIII.2.2. Fibres techniques de Lin.....	218
VIII.2.3. Fibres techniques de Basalte .....	222
VIII.2.4. Conclusion des essais dynamiques sur les fibres sèches .....	225
VIII.3. Composites .....	227
VIII.3.1. Composites 8 plis à 0°.....	227
VIII.3.1.1. Composites renforcés de ruban de bambou.....	229
VIII.3.1.1.1. Composite Bambou/ELIUM.....	229
VIII.3.1.1.2. Composite Bambou/PA11 .....	230
VIII.3.1.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin .....	232
VIII.3.1.2.1. Composite Lin/ELIUM.....	232
VIII.3.1.2.2. Composite Lin/PA11 .....	233
VIII.3.1.3. Composites renforcés de fibres techniques de basalte.....	234
VIII.3.1.3.1. Composite Basalte/ELIUM .....	236
VIII.3.1.3.2. Composite Basalte/PA11.....	237
VIII.3.1.4. Bilan des essais dynamiques sur les composites à 0°.....	239
VIII.3.2. Composites 8 plis à 90°.....	241
VIII.3.2.1. Composite Basalte/ELIUM.....	241
VIII.3.2.2. Composite Basalte/PA11 .....	242
VIII.3.2.3. Bilan des essais dynamiques sur les composites à 90° .....	243
VIII.3.3. Composites 8 plis à ±45° .....	244
VIII.3.3.1. Composites renforcés de ruban de bambou.....	244
VIII.3.3.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin .....	246
VIII.3.3.3. Composites renforcés de fibres techniques de basalte.....	249
VIII.3.3.4. Bilan des essais dynamiques sur les composites ±45° .....	251

VIII.4. Impacts sur composite Basalte/PA11.....	253
VIII.4.1. Présentation du dispositif expérimental d'impact.....	253
VIII.4.2. Modélisation de l'essai d'impact .....	254
VIII.4.3. Résultats .....	255
Bilan de la Partie VIII.....	260
Partie IX. Conclusion et perspectives .....	261
IX.1. Conclusion .....	261
IX.2. Perspectives.....	264
Références bibliographiques .....	266
Résumé/Abstract .....	278

## Table des illustrations

---

Figure 1 Empreinte carbone des matériaux en fonction de leur consommation d'eau, adapté de [43], [165].....	27
Figure 2 : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine (adaptée de [2], [22]).....	32
Figure 3 : Production annuelle des principales fibres végétales [6].....	33
Figure 4 : Composition chimique de fibres naturelles [7].....	34
Figure 5 : Structure chimique de la cellulose [8] .....	35
Figure 6 : Structure chimique d'hémicellulose (xyloglucane) [9] .....	36
Figure 7 : Structure chimique de lignine [14].....	36
Figure 8 : Structure chimique d'une chaîne de pectine (acide poly galacturonique) [16] .....	37
Figure 9 : Schéma de la structure d'une fibre végétale et de l'angle microfibrillaire [2] .....	38
Figure 10 : Propriétés mécaniques des principales fibres végétales et de verre [19].....	38
Figure 11 : Propriétés spécifiques des renforts composites usuels [20] .....	39
Figure 12 : ATG et DTG de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine [21] .....	40
Figure 13 : Analyse de la décomposition d'une fibre cellulosique typique sous hautes températures [22].....	40
Figure 14 : Températures de dégradation de fibres végétales typiques déterminées par DTG sous air [23] .....	41
Figure 15 : Surface des récoltes 2019 de Lin et implantation des teillages français [32].....	41
Figure 16 : Évolution du prix des fibres longues de Lin de juin 2016 à décembre 2021 [34].....	42
Figure 17 : Schéma de l'évolution du lin à partir du semis [37].....	42
Figure 18 : Représentation de la structure d'une fibre de lin, de la tige à la fibre unitaire [39], [40] .....	43
Figure 19 : Représentation de la structure d'une fibre de lin, de la fibre unitaire à la cellulose [40] .....	43
Figure 20 : Courbes de comportements d'une fibre unitaire de Lin de types T1, T2 et T3 [41]....	44
Figure 21 : Courbe de comportement d'une fibre unitaire de Lin de type T3 [41] .....	45
Figure 22 : a) Courbe force déplacement sur fibre unitaire de lin avec un 2nd cycle de charge, b) Evolution du module d'Young d'une fibre unitaire de Lin en fonction du nombre de chargement [40] .....	45
Figure 23 : Résultats des essais de traction sur fibre unitaire à 1mm/min, L0=10mm [43] .....	46
Figure 24 : Résultats des essais de traction sur fibre unitaire classés par gamme de diamètre [43]	46
Figure 25 : Courbes de comportements d'une fibre technique de Lin de types T1, T2 et T3 [41]	47

Figure 26 : Sensibilité des contraintes max et du module d'Young des fibres techniques de lin en fonction de la longueur de jauge [44] .....	48
Figure 27 : Paramètres de répartition des propriétés mécaniques des faisceaux de fibre de lin [44] .....	48
Figure 28 : Courbes ATG et DTG sous air et résultats associés pour des fibres de lin [46] .....	49
Figure 29: Influence d'un traitement thermique de 8 min sur les propriétés mécaniques des fibres de lin [46] .....	50
Figure 30 : Évolution du module d'Young et des contraintes à la rupture des fibres de lin seules pour des vitesses de déformation comprises entre $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [47] .....	50
Figure 31 : Évolution des contraintes à la rupture des fibres de lin seules pour des vitesses de déformation comprises entre $0.2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [31] .....	51
Figure 32 : Résultat des essais dynamiques sur fibres élémentaires de lin seules pour des vitesses de déformation comprises entre $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $1.7 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ [43] .....	51
Figure 33 : Diagramme phylogénétique représentant la famille des bambous [26] .....	52
Figure 34 : Impacts environnementaux de la production de bambou comparés aux fibres de lin et de verre [26].....	53
Figure 35 : Différents segments du bambou à l'échelle macroscopique [23] .....	54
Figure 36 : Représentation de la structure du bambou jusqu'à l'échelle microscopique [29].....	54
Figure 37 : Courbe contrainte déformation d'un ruban de bambou à température ambiante [28] .....	55
Figure 38 : Influence de la section du ruban de bambou sur le module d'Young [28] .....	55
Figure 39 : Influence de la section du ruban de bambou sur la contrainte maximale [28] .....	56
Figure 40 : ATG et DTG sous air d'un ruban de bambou <i>Phyllostachys viridiglaucens</i> [28]... ..	56
Figure 41 : ATG et DTG sous air d'un ruban de bambou <i>Phyllostachys viridiglaucens</i> pour différentes positions radiales [26].....	57
Figure 42 : Courbes contrainte déformation en compression du bambou pur à différentes vitesses de déformations, éprouvettes sens fibre a), perpendiculaire aux fibre b) [30] .....	58
Figure 43 : Évolution des contraintes à la rupture des fibres de bambou seules pour des vitesses de déformation comprises entre $0.2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [31] .....	59
Figure 44 : Procédé de fabrication des fibres de basaltes [50] .....	60
Figure 45 : Composition chimique des fibres de basalte et de verre [51] .....	60
Figure 46 : Prix et densité des fibres de basalte et de verre [52].....	61
Figure 47 : Impacts environnementaux de la production de fibres de basalte comparées aux fibres de carbone et de verre [53].....	61
Figure 48 : Propriétés mécaniques des fibres de basaltes, de verres et de carbone [54] .....	62

Figure 49 : a) Courbes contraintes - déformations des fibres de basalte pour différentes températures et b) modules Young associés [56].....	62
Figure 50 : Courbes ATG sous air pour des fibres de basalte [56] .....	63
Figure 51 : Visualisations des échantillons de fibres de basalte pour les essais de caractérisation dynamiques, a) vue de face, b) vue de côté [58].....	63
Figure 52 : Courbes contrainte-déformation des fibres de basaltes seules pour des vitesses de déformation comprises entre $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $3000 \text{ s}^{-1}$ [58].....	64
Figure 53 : Évolution du module d'Young des fibres de basaltes seules pour des vitesses de déformation comprises entre $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $3000 \text{ s}^{-1}$ [58].....	64
Figure 54 : Évolution des contraintes maximales et des déformations à la rupture des fibres de basaltes seules pour des vitesses de déformation comprises entre $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $3000 \text{ s}^{-1}$ [58].....	65
Figure 55 : Structure des polymères semi-cristallin [59] .....	66
Figure 56 : Courbes d'évolution du module d'élasticité en fonction de la température pour des polymères amorphes et semi-cristallins [60].....	67
Figure 57 : Comportement en traction d'un polymère thermoplastique semi-cristallin à température ambiante et évolution de la forme de l'éprouvette [61] .....	68
Figure 58 : Comportement en traction d'un polymère thermoplastique amorphe en fonction de la température [62].....	68
Figure 59 Description d'un dispositif expérimental DMA.....	69
Figure 60 Illustration des réactions élastiques et viscoélastiques d'un matériau .....	70
Figure 61 Représentation de l'utilisation du principe de superposition temps température, (a) courbes initiales, (b) application du facteur de glissement et (c) courbe maîtresse finale [154].....	72
Figure 62 : Diagramme réactionnel de la synthèse de l'amino-11-undécanoïque [64] .....	73
Figure 63 : Réaction de polycondensation du PA11 [63] .....	74
Figure 64 : Représentation du motif de répétition du polyamide 11 [64] .....	74
Figure 65 : Caractéristiques du Polyamide 11 (source ARKEMA).....	74
Figure 66 : Courbe du PA11 en traction à base de films extrudés ou de poudre [65] .....	75
Figure 67 : Courbe du PA11 en traction avec illustration du phénomène de striction [46].....	75
Figure 68 : Courbes ATG et DTG sous air et azote du PA11 [66] .....	76
Figure 69 : Thermogrammes ACD du PA11 [66] .....	76
Figure 70 : Propriétés thermiques de différents polyamides [67].....	77
Figure 71 : Courbes contrainte-déformation en traction à $0^{\circ}\text{C}$ du PA11 pour des vitesses de déformation comprises entre $0.001\text{s}^{-1}$ et $1\text{s}^{-1}$ [68].....	77

Figure 72 : Courbes contrainte-déformation en compression à température ambiante du PA6-6 pour des vitesses de déformation comprises entre $0.01 \text{ s}^{-1}$ et $3500 \text{ s}^{-1}$ [69].....	78
Figure 73 : Polymérisation radicalaire du monomère de méthacrylate de méthyle (MMA) en polymère de poly méthacrylate de méthyle (PMMA) avec initiateur de peroxyde [72] .....	79
Figure 74 : Propriétés mécaniques la résine ELIUM 180 (source ARKEMA) .....	79
Figure 75 : Courbes contrainte-déformation à température ambiante des résines ELIUM 150 et SR 8100 [39] .....	80
Figure 76 : Courbes contrainte-déformation en traction à température ambiante de la résine ELIUM 180 et résultats associés [73] .....	80
Figure 77 : Courbes Tan $\delta$ -température pour les résines ELIUM® (bleue) and ELIUM Impact® (rouge) [74] .....	81
Figure 78 : Courbes ATG a) et DTG b) sous air de l'ELIUM® pure et avec microcapsule de paraffine [75] .....	81
Figure 79 : Courbes contrainte-déformation en traction de la résine ELIUM 180 avec des cycles de charges-décharges à 15, 22 et 40°C et résultats associés [76].....	82
Figure 80 : Courbes contrainte-déformation du PMMA pour des vitesses de déformation comprises entre $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $19 \text{ s}^{-1}$ [82].....	83
Figure 81 : Évolutions du module d'Young, de la contrainte maximale et de la déformation à la rupture du PMMA en fonction de la vitesse de déformation [82] .....	83
Figure 82 : Courbes contrainte-déformation du PMMA pour des vitesses de déformation comprises entre $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $680 \text{ s}^{-1}$ [81].....	84
Figure 83 : Représentation d'un dispositif de thermocompression [85] .....	85
Figure 84: Diagramme de mise en œuvre pour l'optimisation des constituants d'un composite Lin/PA11 [88].....	86
Figure 85: a) Configurations des composites pour l'optimisation des constituants, b) Contrainte à la rupture et module d'Young en traction pour les composites Lin/PA11 [88] .....	86
Figure 86: Évolution de la contrainte maximale et du module en traction en fonction de la température de mise en œuvre pour un composite Bambou/PLA [87] .....	87
Figure 87 : Représentation du procédé d'infusion sous bâche à vide [89] .....	88
Figure 88 : Evolution des paramètres d'infusion : a) temps d'infusion et b) vitesse d'infusion [39] .....	88
Figure 89 : Représentation graphique des échelles micro, méso et macro d'un composite UD [90] .....	89
Figure 90 : Comportement statique en traction d'un composite UD Carbone/Epoxy, a) empilement à $0^\circ$ et b) drapage à $\pm 45^\circ$ [91].....	90

Figure 91 : Comportement statique en traction d'un composite UD Lin/Epoxy (a) [92], dérivées des courbes de traction pour des composites UD de fibres végétales (b) [94] .....	90
Figure 92 : Évolution de la rigidité normalisée $E/E_0$ en fonction de la déformation en traction de composites UD à fibres végétales [94] .....	91
Figure 93 : Comportement statique en traction d'un composite UD Lin/ELIUM, (a) $[0^\circ]_{12}$ et (b) drapage à $[\pm 45^\circ]_{3S}$ [43] .....	92
Figure 94 : Mécanisme d'endommagement d'un composite UD sous sollicitation mécanique statique [95] .....	92
Figure 95 : Tendence d'évolution d'une courbe contrainte-déformation avec la vitesse de déformation pour un composite UD type $[\pm 45^\circ]$ .....	94
Figure 96 : Courbes contrainte-déformation en traction de composites $[0^\circ]$ Verre/Epoxy pour des vitesses de déformation comprises entre $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $85 \text{ s}^{-1}$ [102] .....	95
Figure 97 : Éprouvettes rompues de composites $[0^\circ]$ Verre/Epoxy, (a) $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , (b) $0.55 \text{ s}^{-1}$ , (c) $5.6 \text{ s}^{-1}$ (d) 46 et $85 \text{ s}^{-1}$ et (e) $85 \text{ s}^{-1}$ [102] .....	96
Figure 98 : Courbes contrainte-déformation en traction de composites $[\pm 45^\circ]$ IM7/8552 pour des vitesses de déformation comprises de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $1300 \text{ s}^{-1}$ [103] .....	96
Figure 99 : Faciès de ruptures en traction de composites $[\pm 45^\circ]$ IM7/8552, a) essais dynamiques, b) essais quasi-statique [103] .....	97
Figure 100: Relations entre la contrainte à la rupture et le taux de fibres pour composites à fibres de bambou et résine polypropylène à différentes vitesses de déformation [104] .....	98
Figure 101: Courbes contrainte-déformation en traction d'éprouvettes composites Bambou/PP pour des vitesses de déformation comprises entre $9.26 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $9.26 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ [104] .....	98
Figure 102: Courbes contrainte-déformation en traction d'éprouvettes composites Lin/Epoxy pour des vitesses de déformation comprises entre $0.764 \text{ s}^{-1}$ à $135.68 \text{ s}^{-1}$ [105] .....	99
Figure 103: Modes de ruptures d'éprouvettes composites Lin/Epoxy (a) $79.12 \text{ s}^{-1}$ , (b) $110.16 \text{ s}^{-1}$ et (c) $135.68 \text{ s}^{-1}$ [105] .....	99
Figure 104: Courbes contrainte-déformation en traction d'un composite Lin/ELIUM $[0,90]$ à $0.0002 \text{ s}^{-1}$ (Traits pointillés) et à $6.7 \text{ s}^{-1}$ (traits pleins) [43] .....	100
Figure 105: Propriétés mécaniques en traction en fonction de la vitesse de déformation d'un composite Lin/ELIUM [43] .....	100
Figure 106: Courbes contrainte-déformation d'un composite UD fibres de basaltes pour des vitesses de déformation comprises entre $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $259 \text{ s}^{-1}$ [106] .....	101
Figure 107: Évolution du module d'Young d'un composite UD à fibres de basaltes pour des vitesses de déformation comprises entre $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $259 \text{ s}^{-1}$ [106] .....	101
Figure 108: Évolution de la contrainte max a) et b) et de la déformation à la rupture d'un composite tissé à fibre de Basalte/Epoxy en fonction de la vitesse de déformation [107] .....	102

Figure 109 (a) Microstructure d'une section de ruban de bambou révélée par microscopie optique avec grossissement x 50, (b) dimensions géométriques et section.....	105
Figure 110 (a) Vue d'un unidirectionnel de Lin 360 gsm, (b) fibre technique de Lin, (c) mesure de la section .....	106
Figure 111 (a) Vue d'un unidirectionnel de FILAVA™ 360 gsm, (b) fibre technique de FILAVA™ .....	106
Figure 112 (a) Visualisation d'une fibre technique de FILAVA™, (b) mesure du diamètre des fibres unitaires.....	107
Figure 113 Système Roctool du pilote EDyCO [159].....	108
Figure 114 Présentation du pilote EDyCO .....	109
Figure 115 Évolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de la plaque n°1 Bambou/PA11 par thermocompression .....	110
Figure 116 Microstructure de la plaque n°1 Bambou/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, grossissement x 50.....	111
Figure 117 Evolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de la plaque n°2 Bambou/PA11 par thermocompression .....	111
Figure 118 Évolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de plaques Lin/PA11 par thermocompression .....	112
Figure 119 Microstructure d'une Lin/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, grossissement x 50 .....	112
Figure 120 Évolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de plaques Basalte/PA11 par thermocompression.....	113
Figure 121 Microstructure d'une plaque Basalte/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, (a) grossissement x 150, (b) grossissement x 1500.....	113
Figure 122 Fabrication par infusion du composite Bambou/ELIUM.....	114
Figure 123 Microstructure d'un composite Bambou/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification des constituants et (c) nombre de pixels correspondants .....	115
Figure 124 (a) Microstructure d'un composite Lin/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification des constituants et (c) nombre de pixels correspondants .....	116
Figure 125 (a) Machine d'essai INSTRON 4466, (b) zoom sur les mâchoires avec une éprouvettes rompues d'ELIUM.....	118
Figure 126 Eprouvettes de caractérisations des polymères purs, (a) ISO527-1A et (b) ISO527-1BA .....	119
Figure 127 Courbes contraintes - déformations du polymère PA11 pur pour des vitesses de déformations théoriques de $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .....	120

Figure 128 Courbes contraintes - déformations de la résine ELIUM 188 XO pure pour des vitesses de déformations théoriques de $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .....	121
Figure 129 Dimension des éprouvettes de caractérisation statique et quasi statique des rubans de bambou .....	122
Figure 130 Courbes contraintes - déformations des rubans de bambous à 1 mm/min sur deux lots matières distincts .....	122
Figure 131 Courbes contraintes - déformations des rubans de bambous à 1 et 100 mm/min sur le lot matière n°2 .....	123
Figure 132 Microstructure d'un composite Bambou/ELIUM ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique et localisation des rubans étudiés .....	124
Figure 133 Identification des constituants du bambou par analyses d'images, (a) ruban 2 et (b) ruban 1 .....	125
Figure 134 Dimension des éprouvettes de caractérisation statique et quasi statique des fibres techniques de lin .....	125
Figure 135 Courbes contraintes - déformations des fibres techniques de lin à 1 et 100 mm/min .....	126
Figure 136 Dimension des éprouvettes de caractérisation statique et quasi statique des fibres techniques de basalte.....	127
Figure 137 Courbes contraintes - déformations des fibres techniques de basalte à 1 et 200 mm/min .....	127
Figure 138 Machine d'essai INSTRON 8862 avec une éprouvette composite 8 plis $0^\circ$ de Lin/PA11 .....	128
Figure 139 Dimensions des éprouvettes de caractérisation des composites, (a) stratifié à $0^\circ$ et (b) stratifiés à $\pm 45^\circ$ .....	128
Figure 140 Courbes contraintes - déformations de composites bambou/ELIUM (8 plis $0^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min .....	129
Figure 141 Courbes contraintes - déformations de composites bambou/PA11 (8 plis $0^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	130
Figure 142 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/ELIUM (8 plis $0^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	130
Figure 143 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/PA11 (8 plis $0^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	131
Figure 144 Courbes contraintes - déformations de composites basalte/ELIUM (8 plis $0^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	132
Figure 145 Courbes contraintes - déformations de composites basalte/PA11 (8 plis $0^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	132

Figure 146 Courbes contraintes - déformations de composites Bambou/ELIUM (8 plis $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	134
Figure 147 Courbes contraintes - déformations de composites Bambou/PA11 (8 plis $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	135
Figure 148 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/ELIUM (8 plis $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	135
Figure 149 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/PA11 (8 plis $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	136
Figure 150 Courbes contraintes - déformations de composites Basalte/ELIUM (8 plis $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	136
Figure 151 Courbes contraintes - déformations de composites Basalte/PA11 (8 plis $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min.....	137
Figure 152 Résultats des caractérisations statiques des composites $0^\circ$ et comparaison avec les estimations de la loi des mélanges.....	138
Figure 153 (a) Microstructure d'un composite Bambou/PA11 ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique, (b) identification de la section des rubans ( $\text{mm}^2$ ) .....	139
Figure 154 Microstructure de composites ( $0^\circ$ ) à renforts de Bambou révélées par microscopie optique, (a) Bambou/ELIUM (b) Bambou/PA11.....	140
Figure 155 (a) Microstructure d'un composite Bambou/ELIUM ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique, (b) identification de la section des rubans ( $\text{mm}^2$ ) .....	142
Figure 156 (a) Microstructure d'un composite Lin/PA11 ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique, (b) identification de la surface des fibres techniques de lin imprégnées ( $\text{mm}^2$ ) .....	143
Figure 157 Microstructure d'un composite Lin/PA11 ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique, (b) zoom sur la zone d'intérêt et (c) identification des constituants .....	143
Figure 158 (a) Microstructure d'un composite Lin/ELIUM ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique, (b) identification de la surface des fibres techniques de lin imprégnées ( $\text{mm}^2$ ) .....	144
Figure 159 (a) Microstructure d'un composite Lin/ELIUM ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique avec la zone d'intérêt et (b) identification des constituants .....	144
Figure 160 Microstructure d'un composite Basalte/PA11 ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique.....	145
Figure 161 Caractérisations statiques des composites $0^\circ$ avec corrections des modules d'élasticité des renforts végétaux lors de fabrications de plaques composites.....	146
Figure 162 Présentation du dispositif DMA100+ et de son enceinte thermique.....	148
Figure 163 Évolution du module de conservation et du facteur d'amortissement du polymère PA11 en fonction de la température.....	149
Figure 164 Évolution du module de conservation et du facteur d'amortissement de la résine ELIUM 188 XO en fonction de la température.....	150

Figure 165 Évolution du module de conservation du PA11 dans des conditions isothermes en fonction de la fréquence de sollicitation .....	150
Figure 166 Courbe maîtresse pour un échantillon de PA11 ( $T_0=48^\circ\text{C}$ ) .....	151
Figure 167 Évolution du facteur de glissement pour un échantillon de PA11 ( $T_0=48^\circ\text{C}$ ).....	151
Figure 168 Évolution du module de conservation de l'ELIUM dans des conditions isothermes en fonction de la fréquence de sollicitation .....	152
Figure 169 Courbe maîtresse pour un échantillon d'ELIUM ( $T_0=99^\circ\text{C}$ ) .....	152
Figure 170 Évolution du facteur de glissement pour un échantillon d'ELIUM ( $T_0=99^\circ\text{C}$ ) .....	153
Figure 171 : prédiction du module de conservation du PA6 à température ambiante en fonction de la vitesse de déformation selon la méthode de Mulliken & Boyce [100] .....	154
Figure 172 Évolution du module élastique du PA11 pour de vitesses de déformations comprises entre $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .....	155
Figure 173 Estimation de l'évolution du module élastique du PA11 pour une vitesse de déformation de $100 \text{ s}^{-1}$ .....	156
Figure 174 Évolution du module élastique de l'ELIUM pour de vitesses de déformations comprises entre $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .....	156
Figure 175 Estimation de l'évolution du module élastique de l'ELIUM pour une vitesse de déformation de $100 \text{ s}^{-1}$ .....	157
Figure 176 Évolution du module élastique d'un ruban de bambou pour de vitesses de déformations comprises entre $1.38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $2.74 \text{ s}^{-1}$ .....	158
Figure 177 Estimation de l'évolution du module élastique d'un ruban de bambou pour une vitesse de déformation de $100 \text{ s}^{-1}$ .....	159
Figure 178 Évolution du module élastique d'une fibre technique de lin pour de vitesses de déformations comprises entre $1.16 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $1.46 \text{ s}^{-1}$ .....	159
Figure 179 Estimation de l'évolution du module élastique d'une fibre technique de lin pour une vitesse de déformation de $100 \text{ s}^{-1}$ .....	160
Figure 180 Évolution du module élastique d'une fibre technique de basalte pour de vitesses de déformations comprises entre $6.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $1.3 \text{ s}^{-1}$ .....	161
Figure 181 Estimation de l'évolution du module élastique d'une fibre technique de basalte pour une vitesse de déformation de $100 \text{ s}^{-1}$ .....	161
Figure 182 Évolution du module élastique d'un composite Bambou/Elium ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ avec estimation à $100 \text{ s}^{-1}$ .....	162
Figure 183 Évolution du module élastique d'un composite Bambou/PA11 ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ avec estimation à $100 \text{ s}^{-1}$ .....	163
Figure 184 Évolution du module élastique d'un composite Lin/Elium ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre $2.9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $1.2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ avec estimation à $100 \text{ s}^{-1}$ .....	163

Figure 185 Évolution du module élastique d'un composite Lin/PA11 (0°) pour de vitesses de déformations comprises entre $2.9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $1.2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ avec estimation à $100 \text{ s}^{-1}$ .....	164
Figure 186 Évolution du module élastique d'un composite Basalte/Elium (0°) pour de vitesses de déformations comprises entre $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ avec estimation à $100 \text{ s}^{-1}$ .....	164
Figure 187 Évolution du module élastique d'un composite Basalte/PA11 (0°) pour de vitesses de déformations comprises entre $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ avec estimation à $100 \text{ s}^{-1}$ .....	165
Figure 188 : relations entre les phénomènes examinés, les vitesses de déformation impliquées et les équipements expérimentaux engendrant ces vitesses de déformation, d'après [109], [110], [111] .....	167
Figure 189 : visualisation des effets de différentes résonances sur la mesure de la charge (a) [113], Utilisation d'une FFT pour filtrer un signal de force lors d'un essai dynamique (b) [114] .....	169
Figure 190 : dispositif en position initiale, éprouvette non chargée (a), Accélération du cylindre, éprouvette non chargée (b) et Contact du cylindre avec le piston, l'éprouvette est chargée (c) [115]. .....	169
Figure 191 : point de contact entre le piston et le cylindre externe avec la génération du moment parasite [115] .....	170
Figure 192 : exemple de tour de chute pour sollicitation en traction [119] .....	170
Figure 193 : tour de chute pour sollicitation en traction, croquis du dispositif (a), et photo de la partie supérieure (b) [122] .....	171
Figure 194 : données de charge et de déformation pour l'échantillon HR-Al-1 (a) telles que mesurées et (b) avec le décalage temporel ajusté [122] .....	172
Figure 195 : détermination après recalage temporel (a) du module d'Young (b) de la vitesse de déformation [122] .....	172
Figure 196 : résultats associés aux essais dynamiques sur tour de chute pour des éprouvettes d'aluminium [122] .....	173
Figure 197 : Comparaison entre les résultats avec un couplage EF et avec une approche analytique pour une caractérisation dynamique d'un alliage 7075T6 [134] .....	174
Figure 198 Représentation du « Dispositif de Traction Dynamique » (DTD) [158] .....	175
Figure 199 Eprouvettes utilisées avec le « Dispositif de Traction Dynamique » (DTD) .....	176
Figure 200 Modèle Abaqus Explicit du DTD .....	177
Figure 201 Lois statiques et dynamiques de l'aluminium AL2024T4 .....	178
Figure 202 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides à $122 \text{ s}^{-1}$ sur aluminium 2024T4 sur le DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20 \text{ mm}$ ) .....	178
Figure 203 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour des vitesses d'impacts comprises entre $1 \text{ m/s}$ et $3,6 \text{ m/s}$ .....	180

Figure 204 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la vitesse d'impact.....	180
Figure 205 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour différentes masse d'impacteur .....	181
Figure 206 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la masse de l'impacteur .....	181
Figure 207 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour différentes rigidités de la barre .....	182
Figure 208 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la rigidité de la barre .....	182
Figure 209 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour différentes densités de la barre .....	183
Figure 210 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la densité de la barre .....	183
Figure 211 Présentation du moyen d'essai dynamique « Montage Double Cadre » (MDC).....	184
Figure 212 Eprouvettes composites utilisées avec le montage double cadre .....	185
Figure 213 Modèles Abaqus Explicit (a) du montage double cadre et (b) de l'éprouvette aluminium 2024T4. (c) Faciès de rupture de l'éprouvette aluminium 2024T4. ....	186
Figure 214 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides à $101\text{s}^{-1}$ sur aluminium 2024T4 sur le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	187
Figure 215 : Courbes contrainte-déformation d'un composite Lin/Epoxy en compression pour des vitesses de déformation comprises entre $6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $2220 \text{ s}^{-1}$ [139].....	190
Figure 216 : Courbes contrainte-déformation de composites AS4/PEEK en compression pour des vitesses de déformation comprises entre $1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ [145].....	192
Figure 217 Représentation du modèle élémentaire de validation de la VUMAT .....	197
Figure 218 Paramètres matériau de la VUMAT pour la validation sur le modèle élémentaire.....	198
Figure 219 Réponses numériques sur modèle élémentaire de la VUMAT pour un composite $[0^\circ]_2$ à $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ en fonction de la déformation, (a) contrainte longitudinale et (b) taux de restitution d'énergie $Y_1$ .....	199
Figure 220 Evolution de la variable d'endommagement $d_1$ en fonction du taux de restitution d'énergie $Y_1$ , effet de la variable $Y_1^C$ .....	200
Figure 221 Courbes contraintes déformation sur modèle élémentaire avec la VUMAT pour un composite $[0^\circ]_2$ à $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ , effet de la vitesse de déformation.....	200

Figure 222 Réponses numériques sur modèle élémentaire de la VUMAT pour un composite $[\pm 45^\circ]$ à $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ en fonction de la déformation, (a) contrainte de cisaillement et (b) taux de restitution d'énergie $Y_{12}$ .....	201
Figure 223 Evolution de la variable d'endommagement $d_{12}$ en fonction du taux de restitution d'énergie $Y_{12}$ .....	202
Figure 224 Courbes contraintes déformation sur modèle élémentaire avec la VUMAT pour un composite $[\pm 45^\circ]$ à $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ , effet de la vitesse de déformation.....	202
Figure 225 Réponses numériques sur modèle élémentaire de la VUMAT pour un composite $[90^\circ]_2$ à $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ en fonction de la déformation, (a) contrainte transversale et (b) taux de restitution d'énergie $Y_2$ .....	203
Figure 226 Evolution de la variable d'endommagement $d_{22}$ en fonction du taux de restitution d'énergie $Y_2$ .....	204
Figure 227 Courbes contraintes déformation sur modèle élémentaire avec la VUMAT pour un composite $[90^\circ]_2$ à $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ , effet de la vitesse de déformation.....	204
Figure 228 Paramètres matériau de la VUMAT du composite Basalte/PA11 pour la validation sur les modèles des tours de chute.....	205
Figure 229 Simulation numérique avec VUMAT des essais dynamiques rapides sur composites Basalte/PA11 $[0^\circ]_8$ avec le DTD, visualisation du taux de restitution d'énergie $Y_1$ à $t=0.8 \text{ ms}$ ..	206
Figure 230 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT pour les essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 $[0^\circ]_8$ sur le DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	206
Figure 231 Simulation numérique avec VUMAT des essais dynamiques rapides sur composites Basalte/PA11 $[90^\circ]_8$ avec le DTD, visualisation du taux de restitution d'énergie $Y_2$ à $t=0.8 \text{ ms}$ ..	207
Figure 232 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT pour les essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 $[90^\circ]_8$ sur le DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	207
Figure 233 Simulation numérique avec VUMAT des essais dynamiques rapides sur composites Basalte/PA11 $[(45/-45)]_2$ avec le montage double cadre, visualisation du champ de déformation plastique cumulée à $t=3 \text{ ms}$ .....	208
Figure 234 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT pour les essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 $[(45/-45)]_2$ avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=10\text{mm}$ ).....	209
Figure 235 Image pré-essai dynamique rapide : Éprouvette ELIUM sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	210
Figure 236 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur résine ELIUM, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	211

Figure 237 Modes de ruptures des éprouvettes d'ELIUM pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $29 \text{ s}^{-1}$ et $37 \text{ s}^{-1}$ .....	212
Figure 238 Image pré-essai dynamique rapide : Éprouvette PA11 sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	212
Figure 239 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur matrice PA11, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	213
Figure 240 Modes de ruptures des éprouvettes de PA11 pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $17 \text{ s}^{-1}$ et $20 \text{ s}^{-1}$ .....	214
Figure 241 Evolution des propriétés mécaniques de la résine ELIUM 188 XO de la statique à la dynamique .....	214
Figure 242 Evolution des propriétés mécaniques du polymère PA11 de la statique à la dynamique .....	215
Figure 243 Image pré-essai dynamique rapide : Ruban de bambou sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	216
Figure 244 Modélisation de l'éprouvette de ruban de bambou (parties des mors partiellement cachée).....	216
Figure 245 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur rubans de bambou, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	217
Figure 246 Modes de ruptures des Rubans de bambou pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $31 \text{ s}^{-1}$ et $62 \text{ s}^{-1}$ .....	217
Figure 247 Image pré-essai dynamique rapide : Fibres techniques de Lin sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	218
Figure 248 Courbes expérimentales des essais dynamiques rapides sur fibres techniques de lin, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) ....	219
Figure 249 Courbes expérimentales des essais dynamiques rapides sur l'éprouvette LI372.....	219
Figure 250 Images extraites de la caméra rapide lors de l'essai sur l'éprouvette LI372 en fibres techniques de lin .....	220
Figure 251 Modélisation de l'éprouvette de torons de lin (parties des mors partiellement cachée) .....	220
Figure 252 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur fibres techniques de lin, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ).....	221
Figure 253 Modes de ruptures des Fibres techniques de Lin pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $39 \text{ s}^{-1}$ et $61 \text{ s}^{-1}$ .....	222

Figure 254 Image pré-essai dynamique rapide : Fibres techniques de Basalte sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	223
Figure 255 Modélisation de l'éprouvette de torons de basalte (parties des mors partiellement cachée).....	223
Figure 256 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur fibres techniques de basalte, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	224
Figure 257 Modes de ruptures des Fibres techniques de Basalte pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $44\text{ s}^{-1}$ et $48\text{ s}^{-1}$ .....	225
Figure 258 Evolution des propriétés mécaniques des rubans de bambou de la statique à la dynamique .....	226
Figure 259 Evolution des propriétés mécaniques des fibres techniques de lin de la statique à la dynamique .....	226
Figure 260 Evolution des propriétés mécaniques des fibres techniques de basalte de la statique à la dynamique .....	227
Figure 261 (a) Image pré-essai dynamique rapide d'une éprouvette composite 8 plis $0^\circ$ sur montage DTD, (b) marqueurs de l'extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ) et (c) modélisation de l'éprouvette.	228
Figure 262 (a) Image pré-essai dynamique rapide d'une éprouvette composite 8 plis $0^\circ$ sur montage double cadre, (b) marqueurs de l'extensomètre virtuel ( $L_0=10$ et $20\text{mm}$ ) et (c) modélisation de l'éprouvette.....	228
Figure 263 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/ELIUM $[0^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	229
Figure 264 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/PA11 $[0^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	230
Figure 265 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/PA11 $[0^\circ]_8$ avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	231
Figure 266 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/ELIUM $[0^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	232
Figure 267 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/PA11 $[0^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	233
Figure 268 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/PA11 $[0^\circ]_8$ avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	234

Figure 269 Présentation du nouveau système de mors du moyen d'essai dynamique DTD .....	235
Figure 270 (a) Modèle Abaqus Explicit des nouveaux mors du DTD et (b) avec plaques de fermetures cachées .....	235
Figure 271 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/ELIUM $[0^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	236
Figure 272 Modes de ruptures des composites Basalte/ELIUM $[0^\circ]_8$ pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $69\text{ s}^{-1}$ et $74\text{ s}^{-1}$ .....	237
Figure 273 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 $[0^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ ) .....	238
Figure 274 Modes de ruptures des composites Basalte/PA11 $[0^\circ]_8$ pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $69\text{ s}^{-1}$ et $74\text{ s}^{-1}$ .....	238
Figure 275 Evolution du module d'élasticité $E1(\text{Mpa})$ longitudinal des composites $[0^\circ]_8$ de la statique à la dynamique.....	239
Figure 276 Evolution de la contrainte à la rupture $\sigma_{\max 11}(\text{Mpa})$ des composites $[0^\circ]_8$ de la statique à la dynamique .....	240
Figure 277 Evolution de la déformation à la rupture $\epsilon_{\max 11}(\%)$ des composites $[0^\circ]_8$ de la statique à la dynamique .....	240
Figure 278 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/ELIUM $[90^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=10\text{mm}$ ) .....	241
Figure 279 Mode de rupture du composite Basalte/ELIUM $[90^\circ]_8$ pour une vitesse de déformation de $138\text{ s}^{-1}$ .....	242
Figure 280 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 $[90^\circ]_8$ avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=10\text{ mm}$ ) .....	242
Figure 281 Modes de ruptures des composites Basalte/PA11 $[90^\circ]_8$ pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre $111\text{ s}^{-1}$ et $125\text{ s}^{-1}$ .....	243
Figure 282 (a) comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques du capteur d'effort des essais dynamiques rapides des composites Bambou/ELIUM $[(45/-45)_2]_S$ sur le montage double cadre et (b) champs de déformation longitudinale à $t=0.5\text{ ms}$ .....	245
Figure 283 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/PA11 $[(45/-45)_2]_S$ avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=10\text{mm}$ ) .....	246

Figure 284 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/ELIUM [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L <sub>0</sub> =10mm).....	247
Figure 285 Modes de ruptures des composites Lin/ELIUM [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 65 s <sup>-1</sup> et 110 s <sup>-1</sup> .....	247
Figure 286 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/PA11 [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L <sub>0</sub> =10mm).....	248
Figure 287 Modes de ruptures des composites Lin/PA11 [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 90 s <sup>-1</sup> et 127 s <sup>-1</sup> .....	249
Figure 288 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/ELIUM [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L <sub>0</sub> =10mm).....	249
Figure 289 Modes de ruptures des composites Basalte/ELIUM [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 108 s <sup>-1</sup> et 129 s <sup>-1</sup> .....	250
Figure 290 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L <sub>0</sub> =10mm).....	251
Figure 291 Modes d'endommagements des composites Basalte/PA11 [(45/-45) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 70 s <sup>-1</sup> et 99 s <sup>-1</sup> .....	251
Figure 292 Evolution du module <i>G</i> 12(Mpa) des composites [±45°] de la statique à la dynamique .....	252
Figure 293 Evolution de la limite d'élasticité <i>σ</i> y 12(Mpa) des composites [±45°] de la statique à la dynamique .....	252
Figure 294 Présentation du moyen d'essai dynamique pour les essais d'impact.....	254
Figure 295 Modèle Abaqus Explicit pour l'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> .....	254
Figure 296 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT de l'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> avec les paramètres d'endommagement initiaux.....	255
Figure 297 Simulation numérique avec VUMAT d'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> , visualisation du champ de vitesses de déformation (ms <sup>-1</sup> ) à t=5 ms .....	256
Figure 298 Sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre d'endommagement <i>Y</i> 1 <i>r</i> pour un composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> .....	256
Figure 299 Sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre d'endommagement <i>Y</i> 2 <i>r</i> pour un composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> .....	257

Figure 300 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT de l'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> avec et sans prise en compte de la sensibilité à la vitesse de déformation.....	258
Figure 301 a) Face supérieure de l'éprouvette composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> après impact, a) variable d'endommagement d1, b) variable d'endommagement d2 et c) photo de l'éprouvette..	258
Figure 302 a) Face inférieure de l'éprouvette composite Basalte/PA11 [(90/0) <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> après impact, a) variable d'endommagement d1, b) variable d'endommagement d2 et c) photo de l'éprouvette..	259
Figure 303 Evolution du module d'élasticité des polymères de la statique à la dynamique, comparaisons des mesures par DMA et par caractérisation conventionnelle.....	261
Figure 304 Evolution du module d'élasticité des renforts naturels de la statique à la dynamique, comparaisons des mesures par DMA et par caractérisation conventionnelle.....	262
Figure 305 Evolution du module d'élasticité longitudinal des composites [0°] de la statique à la dynamique, comparaisons des mesures par DMA et par caractérisation conventionnelle.....	263

# Partie I. Introduction

## I.1. Contexte et enjeux

L'allègement des structures dans le domaine des transports est une préoccupation majeure de l'industrie moderne. En effet, une perte de masse se traduit immédiatement par une réduction de la consommation de carburant et des rejets de gaz polluants. Les matériaux composites sont de bons candidats pour atteindre ce but en se substituant à certains alliages métalliques usuels tels que l'aluminium ou le titane. Mais une très forte majorité des matériaux utilisés dans l'élaboration des composites pour le domaine aéronautique sont issus de l'industrie pétrochimique, que ce soit pour les renforts ou pour les matrices. La volonté de ne plus dépendre de ressources dont les réserves s'épuisent rapidement est devenue une grande source de motivation pour le développement et l'usage de matériaux biosourcés. Les fibres naturelles sont donc des remplaçants de choix de la fibre de verre ou de carbone, non seulement en raison de leurs plus faibles coûts de production, mais aussi pour leurs plus faibles densités, leurs bonnes performances mécaniques, et leur impact positif sur la réduction des émissions de CO<sub>2</sub> (Figure 1).

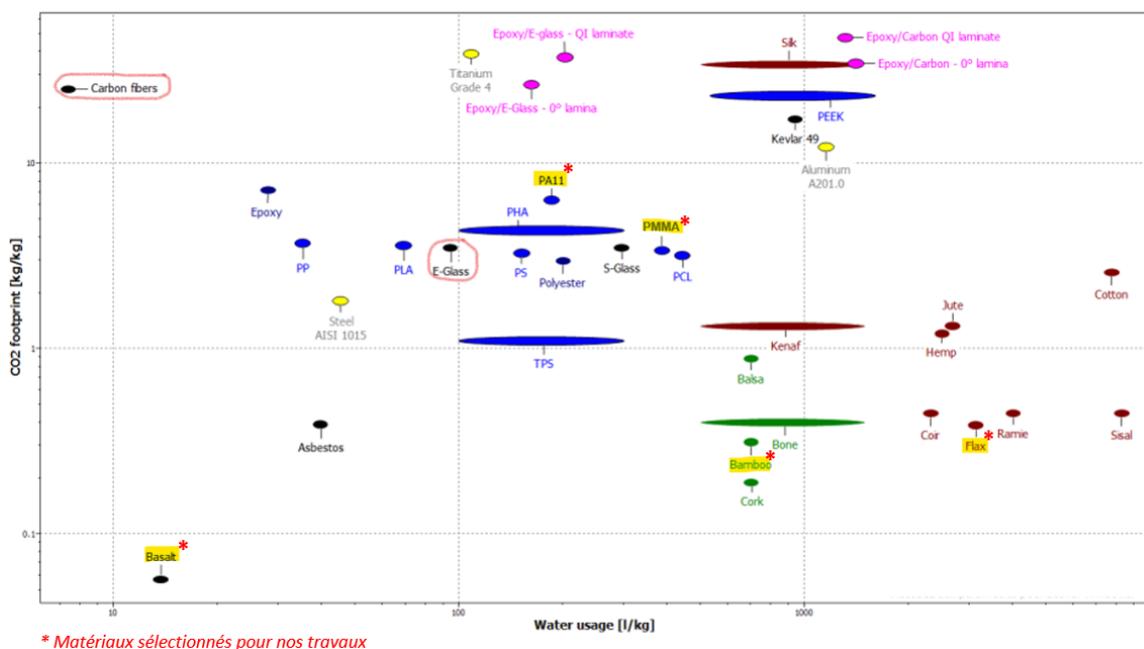


Figure 1 Empreinte carbone des matériaux en fonction de leur consommation d'eau, adapté de [43], [165]

Pour les composites renforcés par des fibres longues l'usage de résines thermoplastiques hautes performances permet d'envisager une fin de vie par recyclage, ce qui d'un point de vue environnemental devient un atout non négligeable. Destinés initialement à des applications non structurales, leurs propriétés spécifiques (rapportées à leur densité) amènent les chercheurs et ingénieurs à suggérer leur utilisation de plus en plus dans le cadre d'un usage semi-structurel voire structurel. La démocratisation de ces matériaux pourra continuer si leurs capacités de résistance à diverses sollicitations telles que des chocs ou des impacts sont avérées.

Les enjeux résident dans la nécessité de comprendre en profondeur la réaction de ces composites dans des conditions d'utilisation aéronautique réelles. En effet, les composants aéronautiques sont

exposés à des charges dynamiques variées lors de leur utilisation, que ce soit lors des phases de décollage, d'atterrissage ou de situations d'urgence. Par conséquent, il est impératif d'évaluer comment les composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques se comportent et résistent à de telles sollicitations dynamiques. L'enjeu ultime consiste en la possibilité de concevoir des structures aéronautiques plus respectueuses de l'environnement, tout en maintenant des niveaux de sécurité et de performance mécanique optimaux. Cela représente un défi majeur dans l'industrie aéronautique, où la recherche constante d'efficacité énergétique et de réduction des émissions de carbone est cruciale. Ainsi, l'étude du comportement de ces composites sous sollicitations dynamiques rapides apporte une contribution notable à l'optimisation des matériaux et des structures aéronautiques de nouvelle génération.

## I.2. Objectifs de la recherche

Les objectifs de cette thèse sont multiples et visent à approfondir la compréhension du comportement des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques sous sollicitations dynamiques rapides, en mettant en lumière leur sensibilité à la vitesse de déformation. On peut les décliner ainsi :

- Compréhension du comportement des Composites :

L'objectif principal de cette recherche est d'analyser et de comprendre le comportement en traction des composites à fibres naturelles (bambou, lin, basalte) associées aux résines thermoplastiques (Polyamide 11, ELIUM 188 XO) dans des conditions de sollicitations dynamiques. Il s'agit d'analyser la réaction de ces matériaux sous des charges dynamiques et d'évaluer leur performance mécanique. Cela nécessite au préalable une caractérisation statique minutieuse pour établir une référence fiable et identifier les types de lois de comportement appropriées.

- Compréhension du comportement des constituants :

Cette recherche vise également à développer une compréhension approfondie du comportement des constituants individuels (fibres et résines) ainsi que des composites dans des conditions de sollicitations dynamiques. Cela implique d'analyser la réponse des fibres naturelles et des résines thermoplastiques sous des sollicitations dynamiques, puis de comparer ces résultats avec les essais statiques afin d'identifier les différences de comportement. De plus, il est essentiel d'examiner la cohérence entre les résultats obtenus sur les constituants individuels et ceux des composites, notamment à travers la loi des mélanges.

- Etude de la sensibilité à la Vitesse de Déformation :

Un aspect crucial de cette étude est d'évaluer la sensibilité à la vitesse de déformation de ces composites. La vitesse de déformation, notée  $\dot{\epsilon}$ , est une mesure de la rapidité avec laquelle un matériau se déforme sous l'application d'une contrainte. Elle quantifie le changement de la déformation par unité de temps et est exprimée en  $s^{-1}$  avec la relation  $\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$ . Cela implique ici d'explorer comment différentes vitesses de déformation influent sur les propriétés mécaniques des matériaux et sur les mécanismes de rupture associés. Comprendre cette

sensibilité est essentiel pour concevoir des structures composites capables de résister à des charges dynamiques rapides.

- Utilisation de Méthodes Expérimentales et Numériques :

Un autre objectif majeur est d'utiliser une combinaison de méthodes expérimentales et numériques pour caractériser et modéliser le comportement des composites sous sollicitations dynamiques rapides. Cela inclut notamment l'utilisation de dispositifs basés sur l'Analyse Mécanique Dynamique (DMA) pour examiner les effets des vitesses de déformation sur les matériaux. Une méthodologie reposant sur des caractérisations sur tours de chute, couplées à la méthode d'identification inverse, est également employée, s'appuyant sur des simulations numériques explicites.

- Développement d'une loi matériau utilisateur (VUMAT) :

Enfin, cette recherche vise à développer une loi matériau utilisateur (VUMAT) pour le logiciel de simulation numérique Abaqus Explicit. Cette loi prendra en compte l'influence de la vitesse de déformation, des endommagements spécifiques et de la pseudo plasticité observée sur le cisaillement intra laminaire.

### **I.3. Organisation de la thèse**

La thèse se déroule sur une période de 36 mois et est divisée en différentes phases, chacune contribuant de manière significative à l'atteinte des objectifs de recherche.

La première phase consiste en la préparation et la fabrication des échantillons composites. Cette étape revêt une importance capitale, car elle conditionne la qualité des données expérimentales qui seront obtenues par la suite. Les matériaux choisis, notamment le bambou, le lin et le basalte pour les fibres, ainsi que le Polyamide 11 (PA11) et l'ELIUM 1880 XO pour les résines thermoplastiques, sont préparés et assemblés selon les procédés spécifiques de thermocompression pour le PA11 et d'infusion pour l'ELIUM 188 XO.

La deuxième phase se concentre sur les caractérisations statiques et quasi-statiques des échantillons. Des essais de traction statique sont menés à différentes vitesses sur les fibres seules, les résines seules et les composites obtenus. Ces essais permettent d'obtenir des données fondamentales sur les propriétés mécaniques de chaque matériau constituant les plaques composites. Ces caractérisations statiques et quasi statiques sont essentielles pour établir une base de référence solide.

En parallèle, la troisième phase porte sur les caractérisations dynamiques à l'aide de machines d'analyses mécaniques dynamiques (DMA). Cette technique permet d'explorer les réponses des matériaux à des sollicitations dynamiques vibratoires, en mesurant des paramètres tels que la rigidité, la viscoélasticité à différentes fréquences de chargement. Les fibres, les résines et les composites sont soumis à ces essais dynamiques pour obtenir une vision détaillée de leur comportement sous des conditions de chargement dynamiques vibratoires.

La quatrième phase de la thèse se concentre sur l'utilisation de la simulation numérique, notamment par le biais de la méthode d'identification inverse. Cette approche est cruciale pour approfondir la compréhension des essais dynamiques sur tour de chute. En utilisant la simulation numérique, nous

sommes en mesure d'identifier les paramètres matériaux essentiels qui influent sur le comportement des fibres, des résines thermoplastiques et des composites lors de sollicitations dynamiques rapides. Cette méthode d'identification inverse permet d'affiner nos modèles et de mieux interpréter les résultats expérimentaux, renforçant ainsi la robustesse de nos conclusions.

Enfin, la cinquième et dernière phase permet, à partir des données expérimentales collectées lors des caractérisations statiques et dynamiques, de développer une loi de comportement utilisateur (VUMAT) pour Abaqus Explicit. Cette loi prend en compte des paramètres cruciaux tels que la vitesse de déformation et la pseudo plasticité pour modéliser de manière précise le comportement des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques sous sollicitations dynamiques rapides.

Ces différentes phases sont menées de manière coordonnée, avec un retour constant entre les caractérisations expérimentales et la simulation numérique. Cette approche itérative permet d'affiner progressivement la compréhension du comportement des composites étudiés, en mettant en lumière la sensibilité à la vitesse de déformation. Les résultats obtenus ont des implications significatives dans le domaine aéronautique et ouvrent la voie à de nouvelles recherches dans le domaine des matériaux composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques.

#### **I.4. Organisation du manuscrit**

Le manuscrit est divisé en neuf parties. La première partie introduit les travaux en exposant le contexte et les enjeux de la recherche, ainsi que les principaux objectifs de l'étude. De plus, il présente l'organisation de la thèse et du manuscrit,

La partie II présente une revue bibliographique approfondie, couvrant les fibres naturelles, les polymères thermoplastiques, et les méthodes de mise en œuvre des composites à fibres naturelles. Elle explore également les comportements mécaniques des composites sous sollicitations statiques et dynamiques, et discute des méthodes expérimentales et numériques utilisées pour étudier les composites en dynamique rapide.

La partie III détaille les matériaux sélectionnés pour cette étude, en se concentrant sur les fibres et les polymères, et explique les processus de fabrication des plaques par thermocompression et infusion.

La partie IV contient les caractérisations statiques et quasi-statiques des polymères purs, des fibres sèches, et des composites à  $0^\circ$  et  $\pm 45^\circ$ , ainsi que l'application des lois des mélanges.

La partie V est dédiée à l'analyse mécanique dynamique via des essais DMA, abordant la détermination de la température de transition vitreuse de nos polymères, l'utilisation du principe de superposition temps-température, et l'estimation de la sensibilité à la vitesse de déformation pour les polymères, les fibres, et les composites.

La partie VI aborde les méthodes expérimentales et numériques sélectionnées pour étudier les composites en dynamique rapide, en commençant par présenter nos dispositifs expérimentaux de type tour de chute, le Dispositif de Traction Dynamique (DTD) et le montage double cadre, puis en validant leur pertinence expérimentale et numérique.

La partie VII se concentre sur le développement d'une loi matériau utilisateur VUMAT, incluant sa formulation théorique et ses validations numériques sur des modèles élémentaires et des tours de chute.

La partie VIII rapporte les résultats des campagnes expérimentales dynamiques rapides, avec des tests sur polymères purs, fibres sèches, et composites, incluant des impacts sur des composites Basalte/PA11 et leur modélisation.

Enfin, la partie IX conclut le manuscrit en discutant les perspectives futures de cette recherche.

## Partie II. Eléments bibliographiques

### II.1. Les fibres naturelles

#### II.1.1. Généralités et classifications

Les matériaux naturels comme la pierre, le bois, les fourrures animales sont depuis très longtemps particulièrement appréciés par l'homme. De nos jours, le développement des moyens de caractérisations permet de mieux étudier le comportement de ces matériaux et de leur trouver des utilisations pertinentes. Comme le montre la Figure 2, on distingue généralement trois principales familles de fibres naturelles : les fibres minérales, animales et végétales.

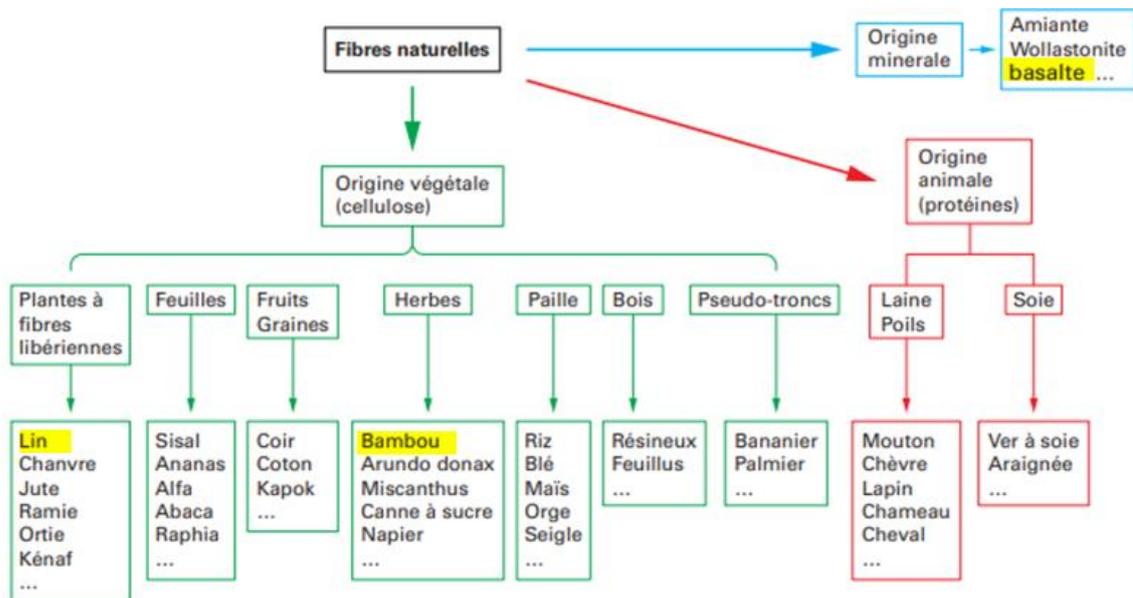


Figure 2 : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine (adaptée de [2], [22])

Les fibres végétales sont constituées majoritairement de matériaux celluloseux tels que la cellulose et l'hémicellulose [1]. Elles proviennent de différentes parties des plantes comme la tige, les feuilles, les graines, les herbes, la paille, le bois et les pseudo-troncs [2]. Grâce à leurs propriétés mécaniques élevées, leur faible densité, leur grande disponibilité et surtout leur capacité à absorber du dioxyde de carbone lors de leur production, elles sont parfaitement adaptées à la production de masse. Les fibres végétales présentent des masses volumiques faibles et des propriétés mécaniques intéressantes. Leurs densités sont plus basses que celles des fibres de verre et de carbone ce qui conduit à des propriétés spécifiques importantes, les rapports spécifiques propriétés/densités sont donc généralement comparables aux valeurs des fibres de verre [3].

Les fibres végétales offrent de nombreux avantages, mais elles présentent également des inconvénients. La variabilité des propriétés mécaniques constitue l'un des principaux défis. En raison de facteurs tels que la croissance des plantes, les conditions environnementales et les méthodes de récolte, les caractéristiques des fibres végétales peuvent varier considérablement, ce qui rend leur comportement mécanique moins prévisible et plus sujet à des écarts [4]. De plus, la nature hydrophile de nombreuses fibres végétales peut poser des problèmes lorsqu'elles sont exposées à l'humidité [5], ce qui peut entraîner une dégradation prématurée, une perte de résistance

et des problèmes de durabilité. Cette sensibilité à l'eau peut limiter les applications dans des environnements où la résistance à l'humidité est cruciale. En outre, la biodégradabilité des fibres végétales, bien qu'un avantage en termes d'écologie, peut être un inconvénient dans des applications nécessitant une longue durée de vie ou une résistance élevée à la dégradation.

En France, le lin et le chanvre sont les fibres les plus étudiées pour des applications composites du fait de leurs bonnes propriétés mécaniques, mais aussi car elles sont issues de cultures locales. Les pays asiatiques préféreront la ramie, le bambou ou le coton, et les pays d'Afrique le kenaf pour des considérations similaires. La Figure 3 présente les productions annuelles des principales fibres végétales, le bois est de très loin la filière la plus exploitée avec une production annuelle de 1 750 000 103 tonnes, suivie par le coton et le bambou avec respectivement des productions de 25 430 103 et 10 000 103 tonnes [6].

Natural fibers	World Production ( $\times 10^3$ Tons)
<i>Plant Origin</i>	
Abaca	90
Banana	200
Bamboo	10,000
Bastfibers , other	236,
Coir	1,100
Cotton Lint	25,430
Fiber crops not specified elsewhere	282
Flax fiber and tow	315
Hemp fiber and tow	76
Jute, Kenaf and Allied Fibers	3,400
Kapok fiber	96
Ramie	111
Sisal , Henequeen and similar hard fibers	380
Wood	1,750,000
<i>Animal Origin</i>	
Silk	165
Wool	1,151
Other	55

Figure 3 : Production annuelle des principales fibres végétales [6]

**Les fibres naturelles minérales inorganiques** représentent une catégorie de matériaux qui ont gagné en popularité en raison de leurs propriétés uniques et de leur potentiel d'application dans divers domaines. Ces fibres sont dérivées de minéraux inorganiques, ce qui signifie qu'elles ne contiennent pas de carbone et sont généralement plus résistantes à la chaleur et à la corrosion que leurs homologues organiques. Ces fibres tirent leur origine des profondeurs de la Terre, formant une famille diverse comprenant le basalte, l'amiante et les fibres de verre. L'amiante est une fibre minérale très longtemps utilisée dans le domaine de la construction de toitures, ses performances mécaniques et sa tenue aux températures élevées en faisaient un matériau de premier choix, mais depuis quelques années l'amiante est interdite pour des raisons sanitaires et son caractère très nocif.

Le basalte, issu du refroidissement de la lave volcanique, donne naissance à des fibres robustes et résistantes. Appréciées pour leur capacité à supporter des températures élevées, les fibres de basalte sont utilisées dans des applications variées, de la construction aux équipements sportifs (raquette, ski, surf) mais également dans des composants automobiles et pales d'éolienne.

Les fibres de verre sont produites en étirant du verre fondu, créant ainsi des filaments solides et souples. Connus pour leur polyvalence, ces filaments sont largement utilisés dans des secteurs tels

que la construction, l'automobile et l'industrie aérospatiale en raison de leur légèreté, de leur résistance mécanique et de leur résistance à la corrosion.

**Les fibres animales**, issues de créatures vivantes, sont composées de protéines. Ces fibres, comme la laine, la soie et la toile d'araignée, se démarquent par leurs propriétés spécifiques et leur capacité exceptionnelle à s'adapter à différents environnements. La laine, extraite principalement des moutons, est renommée pour ses propriétés isolantes et thermorégulatrices. La soie est produite par les vers à soie pour constituer leur cocon. Ses fibres, exceptionnellement fines et résistantes, sont utilisées dans l'industrie textile. Les araignées produisent des fibres pour construire leurs toiles, qui sont extrêmement résistantes et légères. Bien que la collecte de toile d'araignée à grande échelle soit complexe, ses propriétés mécaniques exceptionnelles ont inspiré des recherches pour développer des matériaux innovants dans des domaines tels que la médecine, l'aérospatiale et dans des applications de blindages.

## II.1.2. Les fibres végétales

### II.1.2.1. Compositions chimiques

Les fibres végétales sont donc constituées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine. Les proportions de ces principaux éléments, regroupés sur le tableau de la Figure 4, dépendent de la nature de la plante ainsi que des méthodes utilisées pour son extraction et jouent un rôle important dans le comportement thermomécanique des fibres. On retrouve également d'autres composants en plus ou moins petite quantité (cires, matières grasses, protéines et eau).

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

Figure 4 : Composition chimique de fibres naturelles [7]

#### II.1.2.1.1. La cellulose

La cellulose qui représente près de 50% de la biomasse végétale de la planète est l'un des principaux constituants des fibres naturelles végétales, formant la principale substance structurale des parois cellulaires des plantes et offrant des propriétés mécaniques exceptionnelles et une polyvalence qui la rendent incontournable dans diverses applications industrielles.

La structure de la cellulose, représentée sur la Figure 5, est souvent décrite comme une chaîne linéaire de molécules de glucose orientées dans une direction spécifique. Ces chaînes linéaires, appelées microfibrilles, sont liées entre elles par des liaisons hydrogène pour former des structures plus larges et plus complexes. Ces arrangements structuraux confèrent à la cellulose une grande résistance mécanique et une rigidité, ce qui en fait un composant idéal pour les fibres textiles.

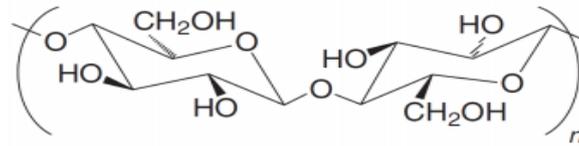


Figure 5 : Structure chimique de la cellulose [8]

La cellulose possède des propriétés physiques exceptionnelles qui en font un matériau polyvalent. Elle est insoluble dans l'eau et dans de nombreux solvants organiques, ce qui contribue à sa résistance aux intempéries. En revanche, elle peut être dégradée par certains agents chimiques et par des micro-organismes, ce qui la rend biodégradable. Aussi bien cristalline qu'amorphe, sa structure lui confère une excellente résistance à la traction, un module élastique pouvant aller jusqu'à 135 GPa [9]. L'extraction de la cellulose à partir des fibres végétales implique généralement un processus de transformation. Ce processus peut comprendre le démottage des fibres, la séparation des composants non cellulosiques (comme la lignine et l'hémicellulose), et la purification de la cellulose. Le coton, par exemple, est une source majeure de cellulose dans l'industrie textile, tandis que le bois est souvent utilisé pour produire de la cellulose pour des applications papetières. En raison de ses propriétés, la cellulose est largement utilisée dans divers domaines. Dans l'industrie textile, elle est transformée en fibres pour la fabrication de vêtements, de tissus et d'autres produits. Dans l'industrie papetière, la cellulose est la matière première principale pour la production de papier. Elle est également utilisée dans la fabrication de matériaux composites. Certains fabricants automobiles utilisent des composites renforcés de fibres de cellulose dans la fabrication de pièces non critiques telles que les panneaux de garniture intérieure.

#### II.1.2.1.2. L'hémicellulose

L'hémicellulose est étroitement associée à la cellulose au sein des parois cellulaires des plantes, contribuant à la structure globale et aux propriétés mécaniques des fibres. Elle se distingue par sa structure variée et sa composition chimique complexe (voir Figure 6). Contrairement à la cellulose, qui constitue l'ossature rigide des fibres, l'hémicellulose offre une certaine flexibilité et diversité structurale. Composée de différents polysaccharides se présentant en chaînes courtes et hautement ramifiées, tels que le xylane, le mannane, le glucane, l'hémicellulose apporte une dimension hétérogène aux fibres végétales. Le degré de polymérisation dans ce polymère est de 20 à 300 fois plus faible que dans la cellulose [9]. L'hémicellulose participe activement aux différents phénomènes de dégradation rendant le matériau naturellement biodégradable mais également très sensible aux conditions environnementales.

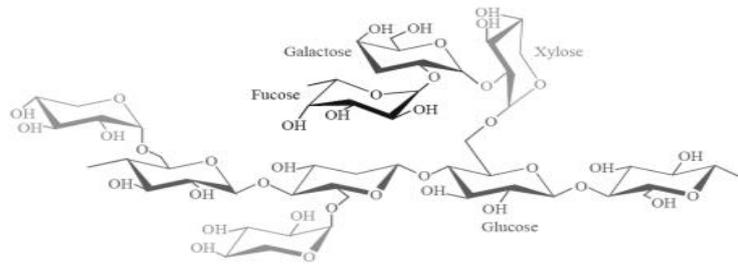


Figure 6 : Structure chimique d'hémicellulose (xyloglucane) [9]

L'hémicellulose forme une matrice amorphe qui entoure les microfibrilles de cellulose dans les parois cellulaires. Cette matrice confère aux fibres une flexibilité accrue, une bonne résistance à la compression avec un module d'élasticité d'environ 8 GPa [10]. Ainsi, l'hémicellulose contribue à la résistance globale des fibres tout en facilitant leur déformation, ce qui est crucial pour des applications variées, de la fabrication de papier à la production de composites. Les caractéristiques uniques de l'hémicellulose en font un composant précieux dans diverses industries. Elle est souvent utilisée dans la production de pâtes et papiers, agissant comme un liant dans la formation de feuilles de papier. De plus, l'hémicellulose trouve des applications dans la production de biocarburants, où elle peut être convertie en sucres fermentescibles pour la production d'éthanol. Les recherches récentes sur l'hémicellulose ont ouvert la voie à des applications diverses, notamment dans la fabrication de films alimentaires biodégradables, de matériaux d'emballage écologiques, de textiles durables [11].

### II.1.2.1.3. La lignine

La lignine peut être considérée comme un polymère thermoplastique avec un module d'élasticité de 4 GPa [12]. Elle agit comme un ciment naturel, liant les cellules végétales et fournissant une résistance structurelle essentielle. Sa présence renforce les fibres, contribuant ainsi à leur rigidité et à leur capacité à supporter des charges mécaniques. C'est un polymère hydrocarboné de structure en trois dimensions relativement complexe constitué d'éléments aliphatiques et aromatiques (Figure 7). Elle peut être comparée à une sorte de gaine entourant les microfibrilles et les fibres, ce qui a pour conséquence d'améliorer leur résistance à la compression [13]. Elle permet aux plantes de former une structure rigide et aux arbres de grande hauteur de rester debout.

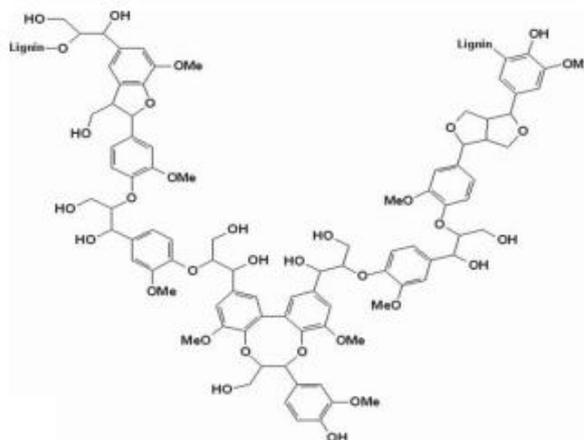


Figure 7 : Structure chimique de lignine [14]

La lignine présente des propriétés physiques et chimiques uniques, notamment une faible solubilité dans l'eau, une résistance aux attaques microbiennes même si elle reste cependant sensible aux UV ainsi qu'aux agents chimiques. Ces caractéristiques confèrent aux fibres une durabilité naturelle, les protégeant contre la décomposition et les ravages biologiques. Lors de la transformation des fibres végétales en matériaux utilisables, la lignine peut influencer significativement les processus industriels du fait de ses propriétés thermiques. En effet, elle présente une température de transition vitreuse de l'ordre de 90°C et une température de fusion d'environ 170°C [15]. Son élimination, modification ou préservation sélective peut être stratégiquement utilisée pour obtenir des propriétés spécifiques dans les produits finis, allant des papiers et cartons aux matériaux composites.

#### II.1.2.1.4. Les pectines

Les pectines, dont la structure chimique est décrite sur la Figure 8, sont des polysaccharides amorphes situés à la fois en surface de fibre où elles assurent la cohésion avec les fibres voisines, mais également dans les parois primaires et secondaires de la fibre. En raison de la présence de groupes acide carboxylique, les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales. Elles jouent donc un rôle clé dans la régulation des propriétés mécaniques des fibres végétales, dans leur capacité à former des gels, à absorber l'eau, et à réagir avec d'autres composants des parois cellulaires. Les pectines influencent la résistance et l'élasticité des fibres. Le module d'élasticité est de l'ordre de 20 MPa [16].

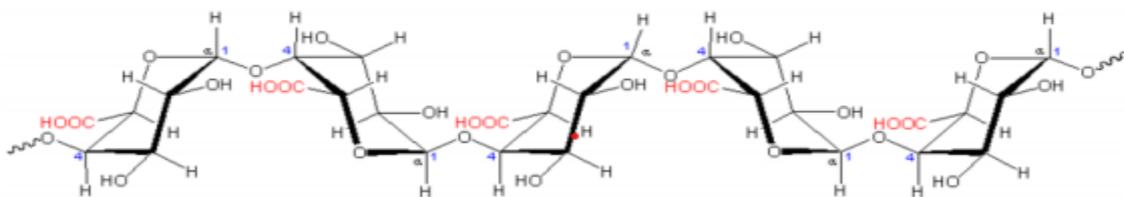


Figure 8 : Structure chimique d'une chaîne de pectine (acide poly galacturonique) [16]

#### II.1.2.2. Propriétés mécaniques des fibres végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur anisotropie, avec un rapport d'environ 10 entre la rigidité longitudinale et la rigidité transverse. Les propriétés mécaniques des principales fibres végétales ne sont pas uniformes et dépendent fortement de la nature et de l'origine des fibres. L'angle microfibrillaire, présenté sur la Figure 9, également connu sous le nom d'angle de l'hélice microfibrillaire, est une autre caractéristique importante des fibres végétales. Les microfibrilles, qui constituent la structure de base des fibres, sont disposées de manière relativement parallèle à l'axe longitudinal de la fibre ce qui contribue à conférer au lin sa résistance et sa rigidité élevées. Cet angle fait référence à l'orientation spatiale des microfibrilles à l'intérieur des parois cellulaires des fibres végétales. Il joue un rôle crucial dans la détermination des propriétés mécaniques et de la résistance des fibres. Dans les fibres de lin, l'angle microfibrillaire est souvent relativement faible avec une valeur de 6° [17]. Le bambou, en revanche, présente un angle microfibrillaire qui peut varier en fonction de la structure spécifique de chaque type de bambou. En général, le bambou a une organisation microfibrillaire plus complexe, avec des variations dans l'orientation des microfibrilles même s'il a été mesuré autour de 6° [18].

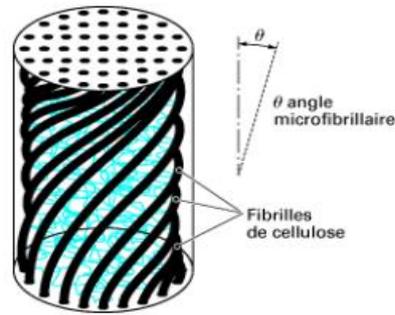


Figure 9 : Schéma de la structure d'une fibre végétale et de l'angle microfibrillaire [2]

Les propriétés mécaniques des principales fibres végétales ainsi que celles de la fibre de verre sont regroupées dans le tableau de la Figure 10. On remarque que les fibres libériennes présentent une rigidité supérieure par rapport aux fibres de feuilles, avec des modules de Young variant entre 25 et 100 GPa, tandis que les fibres de feuilles ont un module compris entre 6 et 42 GPa, et les fibres de graines atteignent un maximum de 13 GPa. Les densités, quant à elles, sont assez uniformes, se situant généralement autour de 1,40 g/cm<sup>3</sup>, à l'exception du bambou, dont la masse volumique est nettement inférieure. Cela en fait un matériau attrayant pour des objectifs de réduction de masse, même si son module d'Young et sa résistance mécanique sont légèrement inférieurs à ceux des fibres libériennes. Les capacités d'allongement à la rupture revêtent une importance cruciale lors de sollicitations dynamiques rapides pour absorber l'énergie cinétique. Dans ce contexte, les fibres libériennes démontrent leur efficacité, le lin affichant des taux de déformation entre 2,7 et 3,2%. Il se positionne avantageusement par rapport au chanvre et à la fibre de jute sur cet aspect spécifique. En comparant les propriétés mécaniques spécifiques des fibres libériennes, notamment celles du lin, avec celles des fibres de verre, on constate que le lin peut rivaliser avec le verre. Cette performance est attribuable à sa densité considérablement inférieure, conférant ainsi des propriétés mécaniques spécifiques similaires, notamment en termes de module d'Young spécifique et d'allongement maximal.

Fibre	Densité (g.cm <sup>-3</sup> )	Module d'Young (GPa)	Module d'Young spécifique (GPa.g <sup>-1</sup> .cm <sup>3</sup> )	Résistance mécanique (MPa)	Résistance mécanique spécifique (MPa.g <sup>-1</sup> .cm <sup>3</sup> )	Allongement à la rupture (%)
<b>Fibres libériennes</b>						
Lin	1.45-1.55	28-100	19-65	343-1035	237-668	2.7-3.2
Chanvre	1.45-1.55	32-60	22-39	310-900	214-581	1.3-2.1
Jute	1.35-1.45	25-55	19-38	393-773	291-533	1.4-3.1
<b>Fibres de feuilles</b>						
Sisal	1.40-1.45	9-28	6-19	347-700	248-483	2.0-2.9
Ananas	1.44-1.56	6-42	4-27	170-727	118-466	0.8-1.6
Banane	1.30-1.35	8-32	6-24	503-790	387-585	3.0-10.0
<b>Fibres de graines</b>						
Coton	1.50-1.60	5-13	3-8	287-597	191-373	6.0-8.0
Noix de coco	1.10-1.20	4-6	3-5	131-175	119-146	15.0-30.0
<b>Autres</b>						
Bambou	0.60-1.10	11-30	18-27	140-230	210-233	1.3
Verre	2.55	78.5	31	1956	767	2.5

Figure 10 : Propriétés mécaniques des principales fibres végétales et de verre [19]

Le diagramme d'Ashby [20], représenté sur la Figure 11, illustre les propriétés mécaniques spécifiques des fibres. Sur l'axe des abscisses, on trouve le module de Young divisé par la densité, et sur l'axe des ordonnées, la contrainte maximale divisée par la densité. Cette représentation permet de visualiser de manière simple et directe les propriétés spécifiques des renforts, en particulier les trois renforts étudiés : les fibres de lin, de bambou et de basalte. Le diagramme facilite la comparaison des propriétés spécifiques de ces fibres par rapport aux renforts usuels tels que les fibres de carbone et de verre. Il en ressort que les trois renforts étudiés présentent des propriétés mécaniques spécifiques inférieures à celles des fibres de carbone. Toutefois, les fibres de lin et de basalte montrent des performances comparables à celles des fibres de verre, tandis que les fibres de bambou sont légèrement en deçà des performances des fibres de verre. Cette analyse comparative met en lumière le potentiel des fibres naturelles comme alternatives aux matériaux traditionnels dans certaines applications structurales.

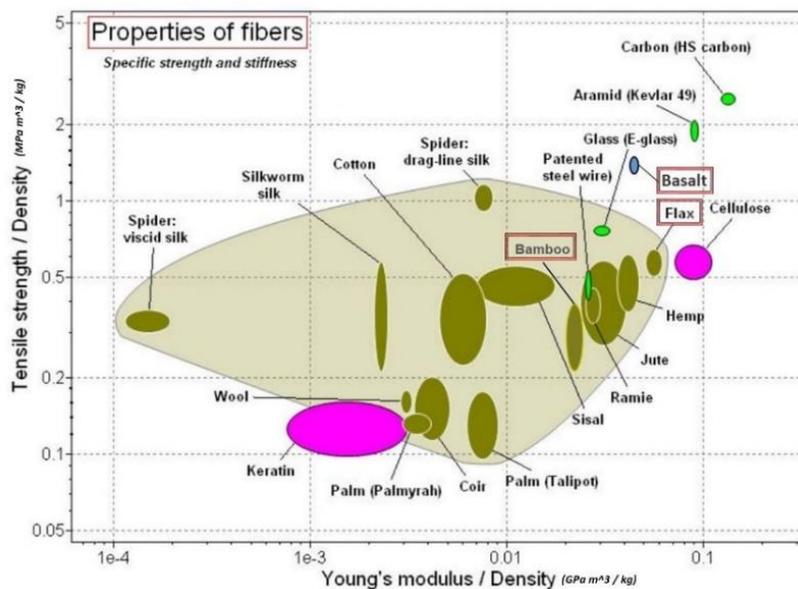


Figure 11 : Propriétés spécifiques des renforts composites usuels [20]

### II.1.2.3. Sensibilité thermique des fibres végétales

Les fibres naturelles ont tendance à subir des variations dimensionnelles et structurales en réponse aux changements de température. Ces variations, qu'elles soient dues à l'humidité ou aux conditions thermiques, peuvent entraîner des déformations indésirables dans les composites, compromettant ainsi leur intégrité. En effet, contrairement à certaines fibres synthétiques comme le carbone ou le kevlar, les fibres naturelles ont souvent une stabilité thermique limitée. Cela peut restreindre les plages de température auxquelles les composites peuvent être exposés notamment lors du procédé de fabrication afin de ne pas détériorer les performances mécaniques des fibres et donc du composite. Des stratégies telles que l'utilisation de résines thermoplastiques avec des températures de fusion adaptées aux fibres végétales, ou l'exploration de procédés de fabrication alternatifs comme l'infusion à température ambiante doivent être envisagées pour assurer la qualité de fabrication de composites à base de fibres végétales. La dégradation et la décomposition des fibres végétales sont étroitement associées à leur composition chimique. Les courbes d'analyse thermogravimétrique (Figure 12), ainsi que leurs dérivées respectives pour chaque composant de

la fibre permettent de mieux comprendre la sensibilité thermique des fibres végétales. L'hémicellulose est le composé qui subit la dégradation la plus précoce entre 220°C et 315°C en atteignant sa perte maximale de masse vers 260°C. Vient ensuite la cellulose qui subit une dégradation à des températures plus élevées, entre 315°C et 400°C avec un pic de perte de masse autour de 350°C. La décomposition de la lignine est caractérisée par une vitesse plus lente, s'étendant sur une plage de température allant de la température ambiante jusqu'à 900°C [21].

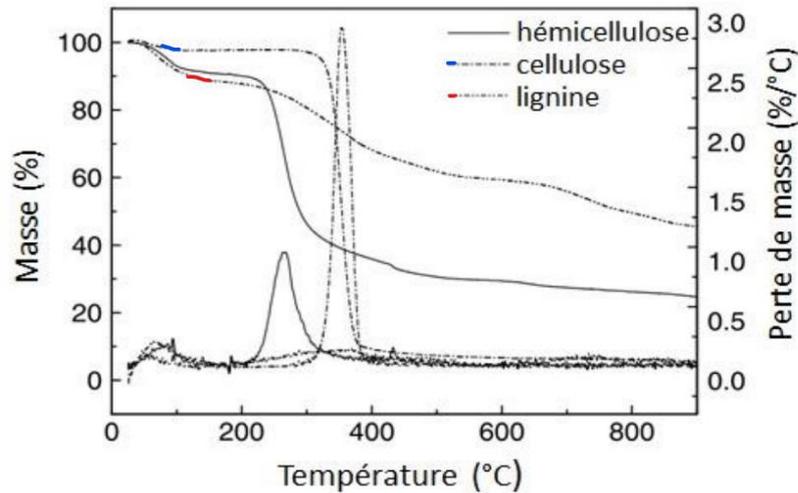


Figure 12 : ATG et DTG de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine [21]

Pour une fibre technique végétale il a été observé que la dégradation thermique enregistrée lors de l'ATG sous air peut être divisée en trois étapes distinctes (Figure 13). Le premier pic survient généralement à des températures inférieures à 100 °C et correspond à l'évaporation initiale de l'humidité. Le deuxième pic est attribué à la dégradation de l'hémicellulose et se produit entre 220 et 290 °C. La troisième partie est liée à la dégradation de la cellulose, on l'observe entre 310 et 400 °C. Pour les fibres de lin, il a été constaté que le 2e et le 3e pic se situaient autour de 344 et 459 °C respectivement. Une décomposition significative de la lignine peut également apparaître autour de 425 °C ; cependant, ce 4e pic n'est pas toujours visible.

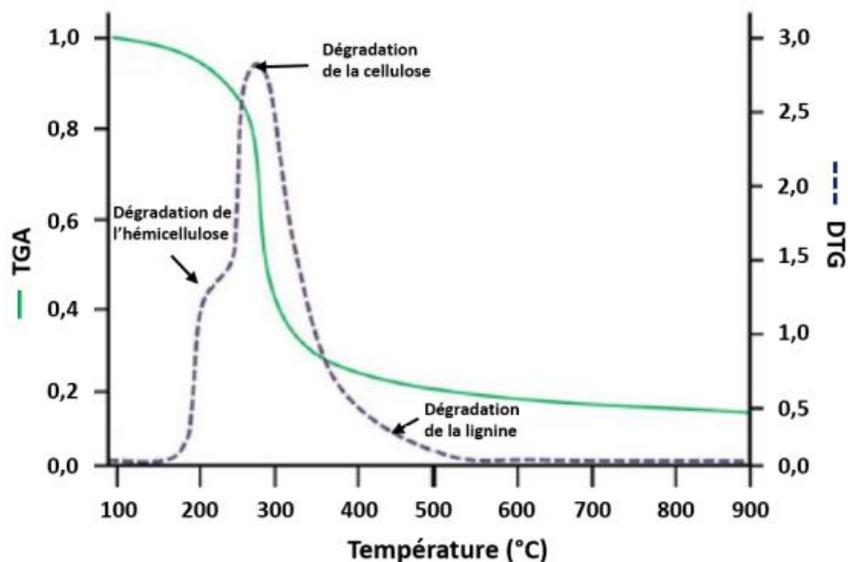


Figure 13 : Analyse de la décomposition d'une fibre cellulosique typique sous hautes températures [22]

Le tableau de la Figure 14 présente une synthèse des températures de dégradation des fibres végétales typiques, déterminées par analyse thermogravimétrique différentielle (DTG) sous atmosphère d'air. Il permet d'identifier les températures correspondant aux trois principaux pics de dégradation des renforts naturels [23].

Fibre	Temperature (°C)			Technique	Flow rate (mL/min)	Heating rate (°C/min)
	1 <sup>st</sup> peak	2 <sup>nd</sup> peak	3 <sup>th</sup> peak			
Sisal	75	222	310	DTG	20	10
Curauá	86	225	363	DTG	50	10
Flax	90	344	459	DTG	20	10
Hemp	87	253	395	DTG	-	10
Jute	<100	287	353	DTG	-	10

Figure 14 : Températures de dégradation de fibres végétales typiques déterminées par DTG sous air [23]

### II.1.3. Les fibres de lin

#### II.1.3.1. Généralités

Les régions tempérées et humides, où la température quotidienne ne dépasse pas 30°C et où les précipitations annuelles sont d'environ 700 mm, sont idéales pour la culture du lin. Les zones tempérées et maritimes de pays comme la Belgique, les Pays-Bas ou la France, situées sur la côte ouest de l'Europe, sont particulièrement propices à cette culture (Figure 15). En France, la culture est principalement présente en Normandie (60 % des surfaces cultivées en 2019) et dans les Hauts-de-France (36 %). On dénombre en France 22 usines de teillage. La commercialisation des fibres de lin s'effectue directement entre les producteurs et les teilleurs. La première étape du processus de transformation est le rouissage, qui consiste à dégrader les tiges directement sur le sol pour séparer les fibres de la partie ligneuse grâce à l'action des micro-bactéries, de l'humidité et de l'ensoleillement. Une fois séchées, les pailles sont destinées au teillage, tandis que les graines sont utilisées pour les semences et la fabrication d'huile. Ensuite, le teillage, opération mécanique, est appliqué aux tiges de lin rouies pour extraire les fibres. Ces fibres sont ensuite peignées et triées en vue du processus de filature.

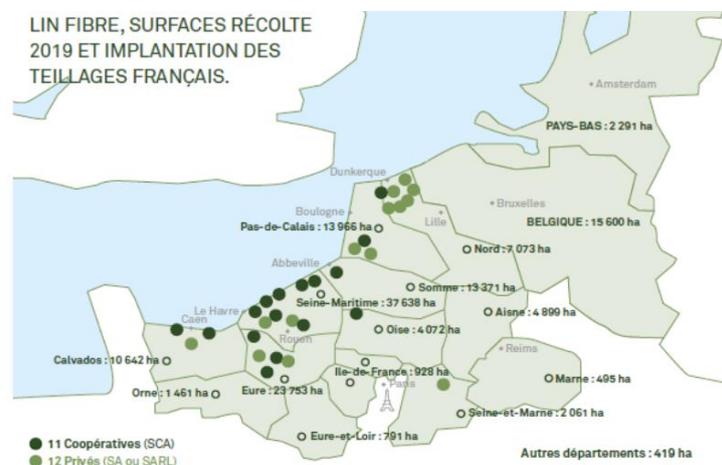


Figure 15 : Surface des récoltes 2019 de Lin et implantation des teillages français [32]

La production de lin pour la création de fibres techniques pour l'industrie est une activité économiquement viable et en croissance. La France est le premier producteur mondial de fibres longues de lin, avec une production en constante progression depuis 2011. En 2019, 122 012 ha de lin textile ont été cultivés en France pour 145 879 tonnes produites [32]. La rentabilité de la culture du lin est très bonne, avec des marges brutes en moyenne trois à quatre fois supérieures à celles des cultures classiques. Sur les 3 dernières années, la marge brute lin est en moyenne de 2 400 €/ha, ce qui est environ le double de la marge brute blé moyenne, voisine de 1 100 €/ha [33]. Malgré des conditions de récoltes difficiles en 2020 et 2021, les prix ont connu une hausse moyenne de 41 % de décembre 2020 à décembre 2021. Le prix moyen s'établit à 3,60 € au kilo en avril 2022, sortie teillage, toutes régions de production et toutes qualités confondues [28, 29]. Ces chiffres démontrent que la production de lin pour la création de fibres techniques pour l'industrie est non seulement rentable, mais aussi en croissance constante (Figure 16).

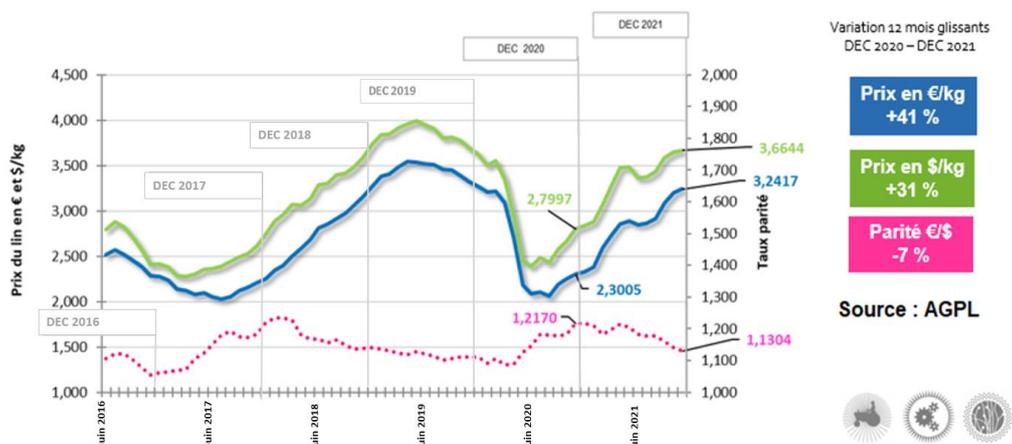


Figure 16 : Évolution du prix des fibres longues de Lin de juin 2016 à décembre 2021 [34]

La culture du lin, du semis à la maturité des fibres, prend environ 100 à 120 jours (Figure 17), même si dans le cas de plantes de lin pour des applications industrielles, ni la maturité des graines ni la sénescence ne sont atteintes. En fait, les plantes sont arrachées à la maturité des fibres, c'est-à-dire environ 40 jours après la floraison [36]

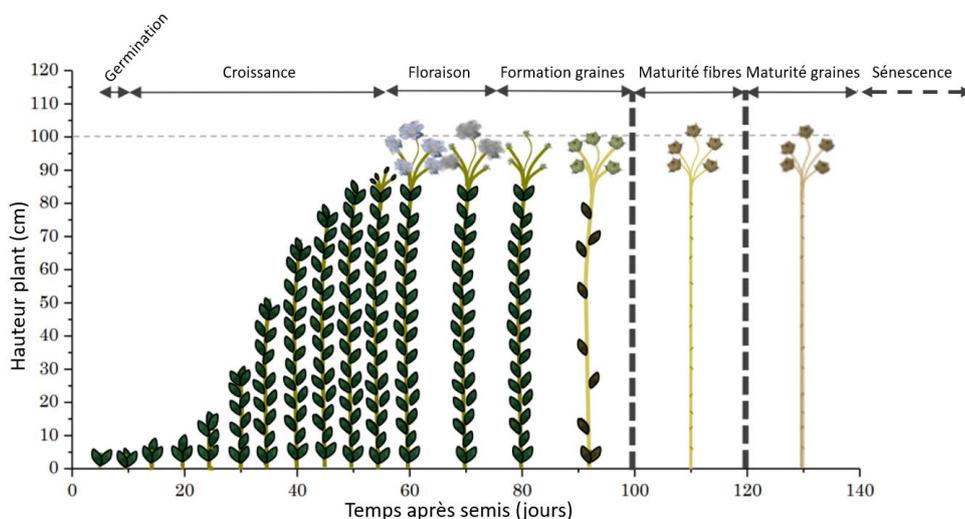


Figure 17 : Schéma de l'évolution du lin à partir du semis [37]

### II.1.3.2. Structure du lin

En passant de l'échelle macroscopique à nanoscopique (Figure 18), on remarque que les fibres de lin possèdent une structure régulière similaire aux composites hautes performances produit par l'industrie. Ces fibres techniques, qui sont en réalité des faisceaux de fibres unitaires, se concentrent à la périphérie de la tige en formant un anneau autour du xylème et donnent une rigidité en flexion à la plante afin de résister aux intempéries durant sa croissance. Les fibres de lin sont couramment utilisées sous forme de fibres techniques dans l'industrie car elles sont faciles à extraire, longues et par conséquent simples à tisser.

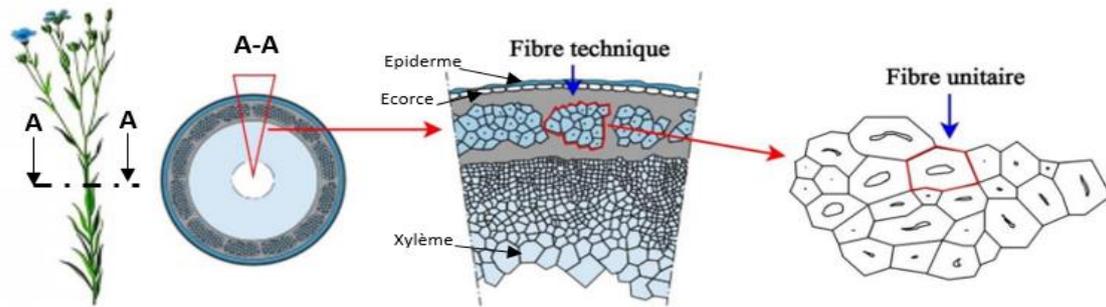


Figure 18 : Représentation de la structure d'une fibre de lin, de la tige à la fibre unitaire [39], [40]

La microstructure des fibres unitaires de lin, représentée sur la Figure 19, s'apparente également à un matériau composite. Elle est composée essentiellement de cellulose sous forme de fibrilles jouant le rôle de renfort, et d'une matrice de lignine et d'hémicellulose. Les fibres unitaires ont une structure composite cylindrique multicouche, chaque couche ayant une composition et une orientation différente et par conséquent une fonction différente. Au centre de la tige on distingue une partie creuse appelée lumen, ce dernier contribue à la circulation d'eau et sa taille permet de déterminer la qualité et le degré de maturité de la fibre. La première paroi, appelée paroi primaire, a une concentration de cellulose assez faible (10%) ce qui lui confère une élasticité importante. La paroi secondaire est constituée de 3 parois S1, S2 et S3. La deuxième paroi S2 est la plus épaisse et possède une haute concentration de cellulose (70%), elle conditionne les propriétés mécaniques de la fibre.

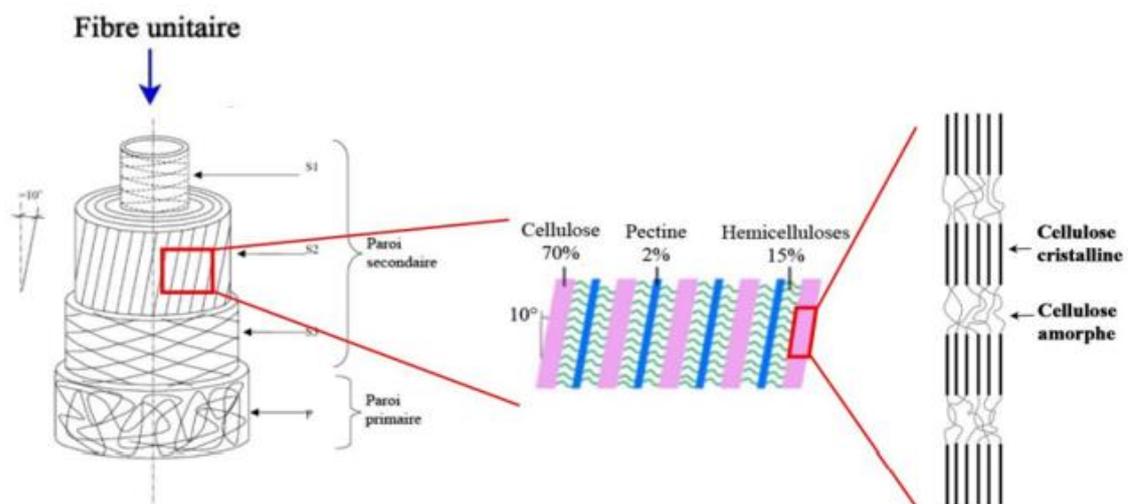


Figure 19 : Représentation de la structure d'une fibre de lin, de la fibre unitaire à la cellulose [40]

### II.1.3.3. Propriétés mécaniques du lin : de la fibre unitaire à la fibre technique

#### II.1.3.3.1. La fibre unitaire de lin

À l'échelle des fibres unitaires de lin, de nombreuses recherches ont mis en évidence trois types de lois comportements distincts, caractérisés par la forme de la courbe contrainte-déformation (Figure 20). Le type T1 montre une progression linéaire de la contrainte de la phase initiale à la phase finale du chargement. Le type T2 se distingue par un unique changement de pente sur la courbe contrainte-déformation. Enfin, le type T3, le plus fréquemment observé, présente deux changements de pente avec une zone linéaire finale. Ces mêmes comportements sont également observés dans les fibres individuelles de chanvre, qui présentent une structure similaire à celle du lin.

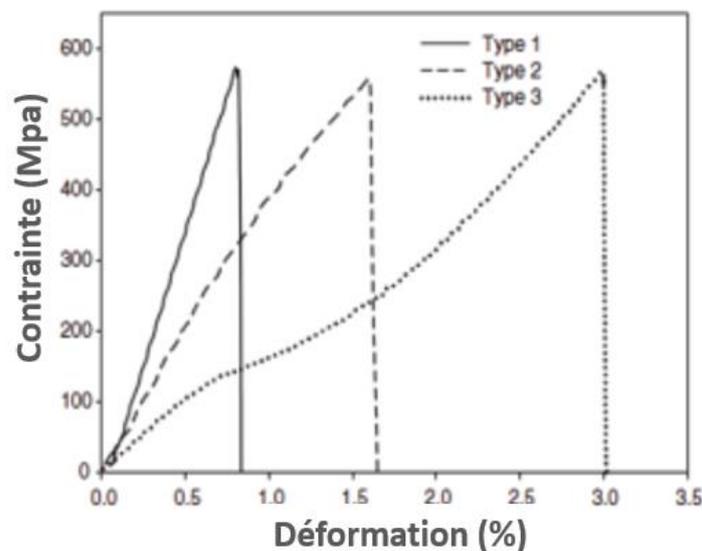


Figure 20 : Courbes de comportements d'une fibre unitaire de Lin de types T1, T2 et T3 [41]

Placet et al. [41] ont avancé une explication qui repose sur la réorientation des microfibrilles, liée à un phénomène de plasticité de type Velcro appelé « stick-slip ». Selon cette théorie, la première zone linéaire de la courbe de comportement d'une fibre unitaire de lin (Figure 21) correspond à la mise en charge globale de la fibre, caractérisée par la déformation élastique de tous ses composants. La seconde phase, qui se distingue par une diminution de la rigidité et intervient après le premier point d'inflexion (I1), est associée à un scénario de stick-slip dans la paroi cellulaire. Il est déclenché lorsque la contrainte de cisaillement dans les parois atteint un seuil spécifique, entraînant la rupture du réseau matriciel formé par les hémicelluloses et les pectines. Cela conduit à la rupture des liaisons hydrogènes en raison du glissement progressif des microfibrilles, puis à la reformation de ces liaisons pendant la traction. Enfin, la zone linéaire finale, marquée par une augmentation de la rigidité, est associée à une cristallisation de la cellulose cristalline et à une réorientation suffisante des microfibrilles le long de l'axe de la fibre. La réorientation des microfibrilles commence dès le début de la mise en tension mais ne devient véritablement significative qu'à partir du début de la zone linéaire finale.

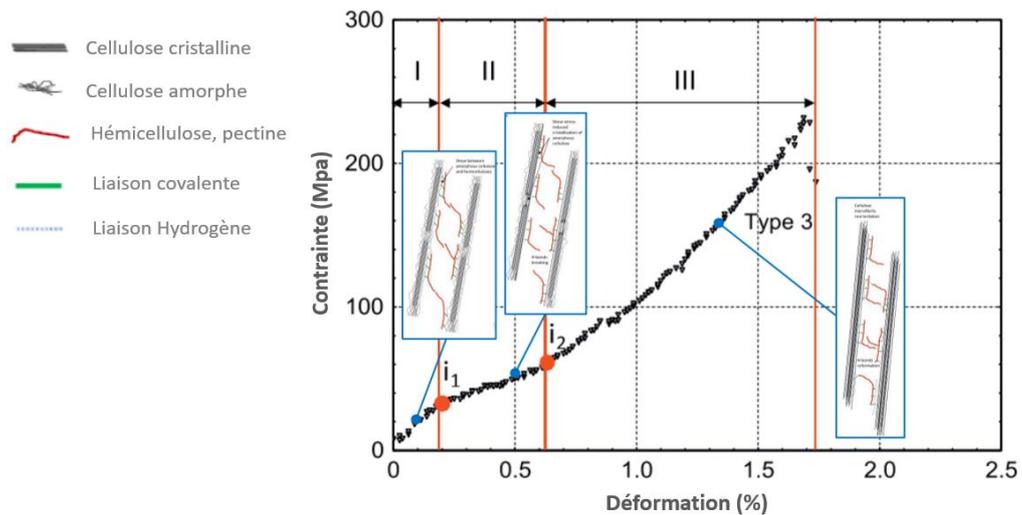


Figure 21 : Courbe de comportement d'une fibre unitaire de Lin de type T3 [41]

Il a aussi été prouvé qu'après plusieurs cycles de charge-décharge, le comportement mécanique non-linéaire de la fibre de lin diminue considérablement, tandis que le module d'Young de la fibre s'accroît (Figure 22). Ce phénomène de renforcement est dû à la réorganisation de la structure de la fibre et à l'alignement progressif des microfibrilles de cellulose le long de l'axe de la fibre [40].

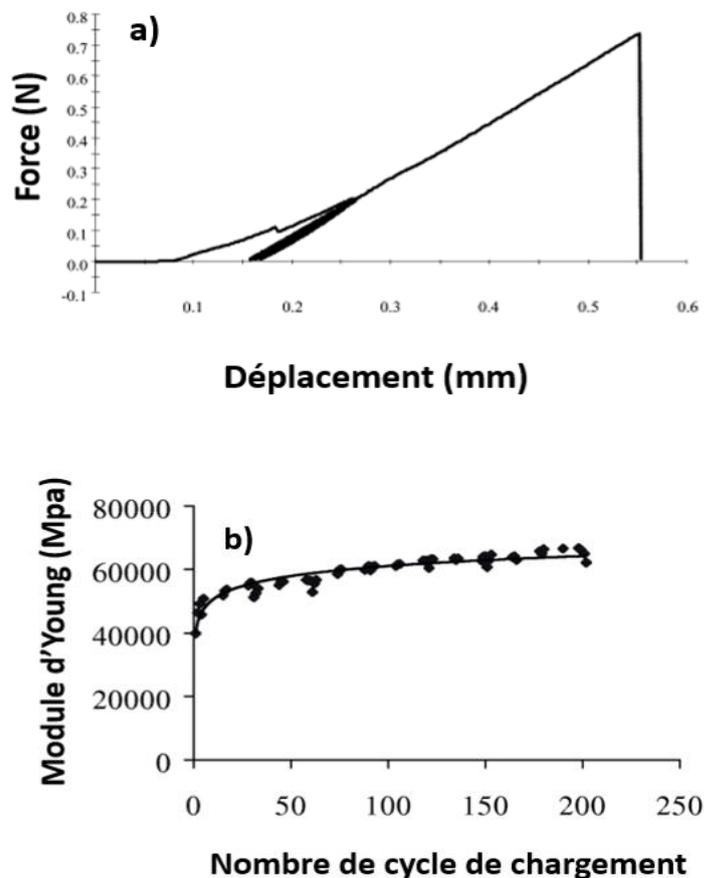


Figure 22 : a) Courbe force déplacement sur fibre unitaire de lin avec un 2nd cycle de charge, b) Evolution du module d'Young d'une fibre unitaire de Lin en fonction du nombre de chargement [40]

Lefebvre et al. [43] ont mené une campagne expérimentale pour caractériser les fibres élémentaires, en utilisant des échantillons d'une longueur entre les mors de 10 mm à une vitesse de 1mm/min. Cette étude a permis de mettre en lumière la variabilité significative du comportement en traction de la fibre unitaire de lin. En moyenne, les modules d'Young mesurés sont compris entre 56 MPa et 81 MPa, les contraintes à la rupture varient de 722 MPa à 1038 MPa là où les déformations maximales se situent entre 1.5% et 1.9% (Figure 23).

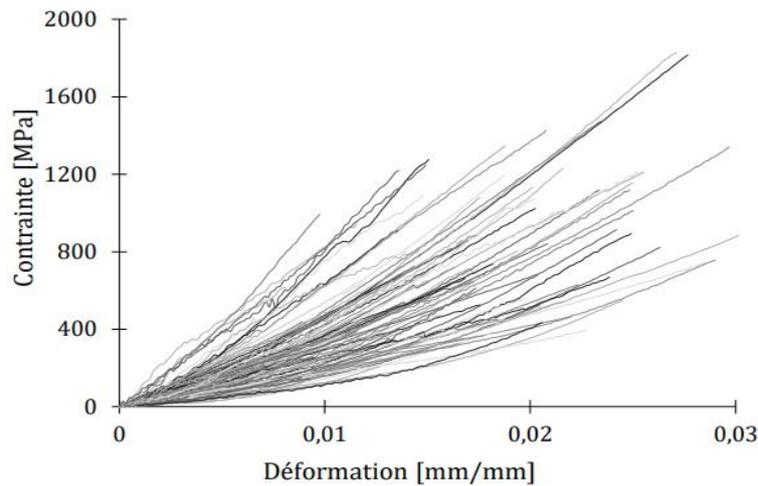


Figure 23 : Résultats des essais de traction sur fibre unitaire à 1mm/min, L0=10mm [43]

Lefebvre et al. [43] a également montré l'influence du diamètre des fibres élémentaires de lins sur les propriétés en traction, les fibres avec le plus petit diamètre ayant les meilleures propriétés mécaniques, ces résultats étant regroupés dans le tableau de la Figure 24. La raison sous-jacente à ce phénomène pourrait résider dans le fait que les fibres les plus fines présentent généralement moins de défauts, contrairement aux fibres de plus gros diamètre qui ont une probabilité accrue de présenter des défauts susceptibles de fragiliser la fibre élémentaire. Une interrogation supplémentaire émerge quant à la taille du lumen de la fibre qui représente un vide. La surface travaillante pour les fibres de grands diamètres est ainsi peut-être surestimée et par conséquent la contrainte maximale et le module d'Young sous-estimés.

Classes de diamètres [μm]	Contrainte à rupture [MPa]	Module de traction initial [GPa]	Module de traction final [GPa]	Déformation à rupture [%]	Tests exploitables
<i>Fibres classées par diamètres croissants</i>					
[9.0 ; 12.1[	(Moyenne) 1037.9 (Ecart type) (380.7)	37.2 (17.6)	80.9 (20.5)	1.9 (0.5)	10
[12.1 ; 13.6[	(Moyenne) 924.3 (Ecart type) (354.3)	46.6 (11.6)	74.5 (24.0)	1.5 (0.4)	10
[13.6 ; 15.3[	(Moyenne) 818.7 (Ecart type) (431.9)	33.7 (13.1)	58.9 (22.0)	1.6 (0.6)	10
[15.3 ; 16.4[	(Moyenne) 722.3 (Ecart type) (353.8)	28.9 (15.1)	56.4 (20.5)	1.8 (0.6)	10

Figure 24 : Résultats des essais de traction sur fibre unitaire classés par gamme de diamètre [43]

### II.1.3.3.2. La fibre technique de lin

La fibre technique de lin, souvent utilisée dans les applications industrielles, se distingue nettement de la fibre unitaire par sa structure. La fibre technique de lin est un assemblage de plusieurs fibres unitaires liées entre elles par des pectines et des lignines, formant un faisceau plus épais. Cette structure composite confère à la fibre technique une plus grande rigidité et résistance, mais aussi une certaine hétérogénéité en termes de diamètre et de propriétés mécaniques du fait de cette assemblage qui va en quelque sorte lisser et moyenniser les disparités qui peuvent exister sur les dimensions et propriétés des fibres unitaires.

La courbe contrainte-déformation des faisceaux de fibres affiche un profil non linéaire similaire à celui observé pour une fibre unitaire (Figure 25). Ce comportement se traduit par trois types distincts de lois de comportement, chacun caractérisé par la forme spécifique de la courbe contrainte-déformation. Récemment, Gogoli et al. [44] ont mis en évidence que 6% des échantillons de lin testés présentent une courbe de type T1, 22% de type T2 et 73% de type T3. À titre de comparaison, Khennache et al. [45] ont trouvé des pourcentages respectifs de 9%, 44% et 47% pour les mêmes types de courbes. L'analyse de ces données révèle que la courbe de type T3 est la plus courante, suggérant qu'une majorité d'échantillons de lin exhibent ce comportement particulier. En revanche, la courbe de type T1 est la moins fréquente, indiquant que ce type de comportement est rare.

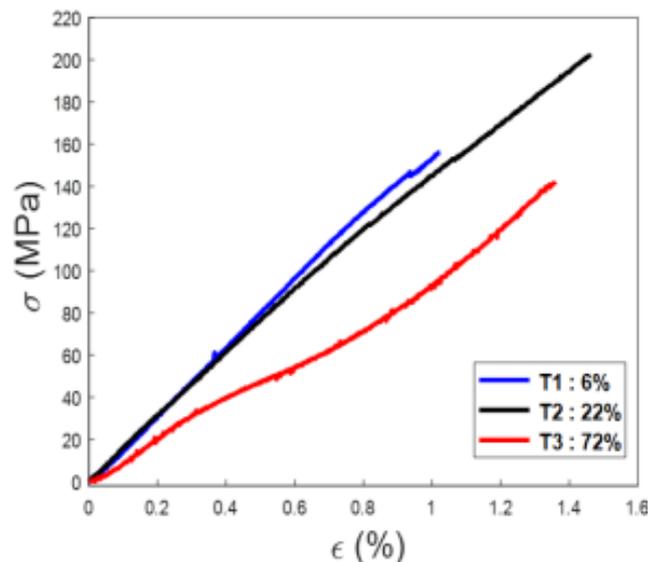


Figure 25 : Courbes de comportements d'une fibre technique de Lin de types T1, T2 et T3 [41]

Lors d'un test de caractérisation en traction, on perçoit non seulement l'élongation de ces fibres individuelles, mais aussi des phénomènes de frottement et d'adhérence entre elles. Par conséquent, l'interaction entre les fibres au sein d'un faisceau a un impact significatif sur son comportement mécanique. Comme le montrent la Figure 26, les propriétés mécaniques des fibres techniques tendent à diminuer à mesure que la longueur des échantillons augmente. En effet, un faisceau de fibres plus long a une plus grande probabilité de contenir des défauts de taille plus ou moins importante, ce qui peut entraîner une rupture sous des contraintes plus faibles. Ensuite, plus les échantillons sont longs plus les zones d'interfaces entre les fibres unitaires sont importantes ce qui augmente les phénomènes de cisaillement et glissement entre ces dernières. À l'inverse, avec une

longueur de référence plus faible, on teste des fibres élémentaires complètes du faisceau présent entièrement dans les mors.

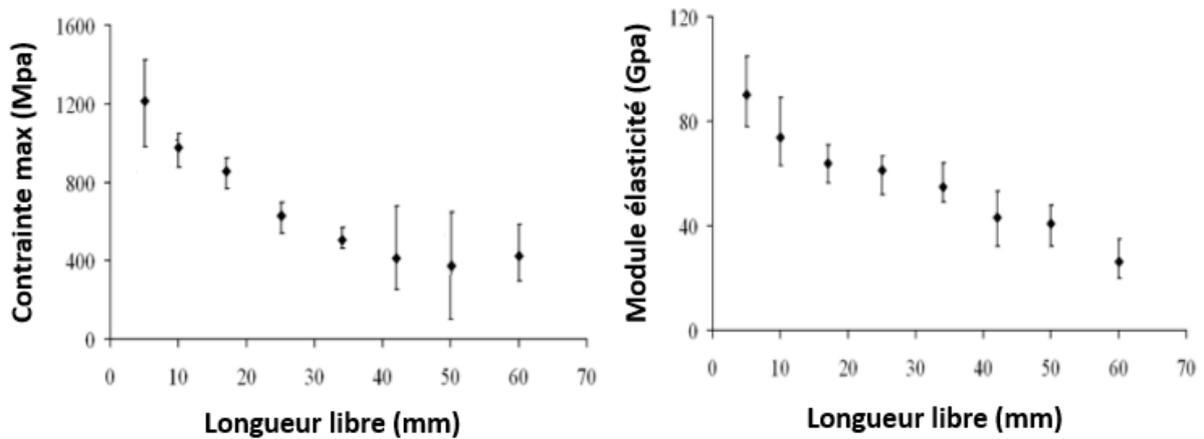


Figure 26 : Sensibilité des contraintes max et du module d'Young des fibres techniques de lin en fonction de la longueur de jauge [44]

L'analyse des résultats de tractions sur des fibres techniques de lin indique une grande variabilité des propriétés mécaniques, notamment pour la contrainte maximale et le module d'élasticité comme le montre le coefficient de variation indiqué dans la Figure 27. Les facteurs couramment cités pour expliquer la variabilité intrinsèque des fibres unitaires de lin comprennent : la variété, les conditions de croissance, la composition biochimique, l'organisation structurale. Aux niveaux des fibres techniques, en plus de ces facteurs, la distribution des défauts d'interfaces entre les fibres unitaires le long des échantillons augmente la dispersion des propriétés mécaniques. Les valeurs relativement faibles des propriétés mécaniques des faisceaux de fibres peuvent être largement attribuées à la longueur de jauge élevée des échantillons (100 mm) utilisés lors de ces essais de traction. Le module d'Young moyen mesuré est évalué à 17,4 GPa pour une contrainte à la rupture de 167 MPa et une déformation maximale à 1.04%.

	Moyenne	Min	Max	CV (%)
Contrainte à rupture (MPa)	169 ± 82	27	427	48
Déformation à rupture (%)	1,04 ± 0,28	0,48	1,55	27
Module apparent (GPa)	17,4 ± 6,6	5,7	34,6	38

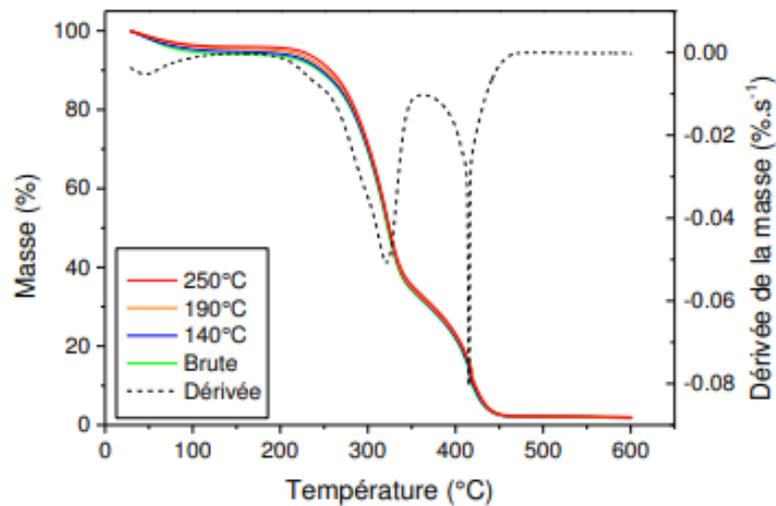
Figure 27 : Paramètres de répartition des propriétés mécaniques des faisceaux de fibre de lin [44]

#### II.1.3.4. Sensibilité à la température du lin

La sensibilité à la température des fibres de lin est une problématique majeure dans le domaine de la fabrication de matériaux composites. Ces fibres présentent un comportement complexe lorsqu'elles sont exposées à des températures élevées, ce qui peut entraîner des difficultés lors de la fabrication des composites.

Gourier et al. [46] ont étudié la dégradation des fibres de lin brutes et celles qui ont été soumises à un cycle thermique initial, en utilisant les techniques d'analyse thermogravimétrique (ATG) et de thermogravimétrie différentielle (DTG). Initialement, les échantillons sont exposés à des cycles thermiques pendant 8 minutes à des températures de 140°C, 190°C ou 250°C. Par la suite, ils sont

conservés dans des conditions contrôlées d'humidité et de température (50% d'humidité relative et une température de 23°C) pendant 24 heures pour atteindre leur équilibre hygrothermique. Les résultats obtenus sont ensuite comparés à ceux des fibres brutes, qui servent de référence (Figure 28). La dérivée, qui correspond aux fibres de lins brutes n'ayant pas été exposées à un cycle thermique initial, présente trois pics distinctifs. Le premier pic, observé à 60°C, est attribué à la perte d'eau. Le deuxième pic, qui apparaît à plus de 300°C, est lié à la dégradation des composés cellulosiques, c'est-à-dire la cellulose et les hémicelluloses. Enfin, le troisième pic, qui se produit à 400°C, concerne la dégradation des composés non cellulosiques tels que les pectines. D'après les graphiques, il n'y a pas de différence notable concernant les pertes de masse associées aux pics 2 et 3 entre les fibres brutes et celles qui ont été préalablement chauffées.



Type de fibres	Premier pic		Second pic		Troisième pic		
	$\Delta m$ (%)	Temp. (°C)	$\frac{\Delta m}{\Delta m_{Brute}}$	$\Delta m_{Pic 2}$ (%)	Temp. (°C)	$\Delta m_{Pic 3}$ (%)	Temp. (°C)
Brute	5.7	47.0	1	62.3	321.5	29.6	410.9

Figure 28 : Courbes ATG et DTG sous air et résultats associés pour des fibres de lin [46]

Dans une deuxième phase, l'effet de la température sur les propriétés mécaniques des fibres de lin provenant d'un même lot a été étudié (Figure 29). Les propriétés mesurées présentent une dispersion importante, ce qui est caractéristique des fibres végétales, même au sein d'un seul lot. Cette variabilité peut être attribuée à des facteurs tels que les variations de diamètre le long de la fibre, ainsi qu'à l'emplacement spécifique de la fibre dans la hauteur de la tige où elle a été prélevée. Les fibres brutes présentent un module d'Young moyen de 45 GPa et une contrainte à la rupture moyenne de 789 MPa. Les propriétés mécaniques des fibres qui ont été préalablement traitées à 140°C et 190°C ne varient que légèrement par rapport à la fibre brute non traitée. On peut même observer une augmentation sensible des modules d'Young pour les échantillons chauffés jusqu'à 190°C même si la contrainte maximale baisse sensiblement à 754 MPa. Il semble donc qu'un cycle thermique de 8 minutes jusqu'à 190°C n'altère pas de manière significative les comportements des fibres de lin ni les propriétés mécaniques du lot dans son ensemble. Le cycle thermique à 250°C provoque une réduction significative des propriétés mécaniques, il apparaît donc que la température

maximale de 190°C est appropriée pour l'utilisation de fibres de lin dans le cadre d'un processus de courte durée, soit moins de 10 minutes.

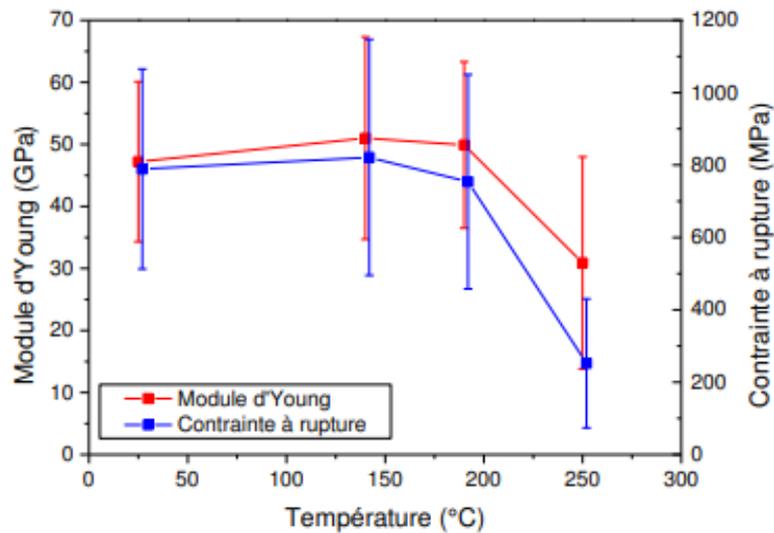


Figure 29: Influence d'un traitement thermique de 8 min sur les propriétés mécaniques des fibres de lin [46]

### II.1.3.5. Sensibilité à la vitesse de déformation des fibres de lin

Peu de recherches se penchent sur l'impact de la vitesse de déformation sur les caractéristiques mécaniques des fibres unitaires de lin ou des fibres techniques de lin. De plus, les études existantes se concentrent principalement sur des vitesses de déformation faibles, restant ainsi proche du domaine quasi-statique. Par exemple, Charlet et al. [47] ont examiné cet effet en restreignant leur analyse à une plage restreinte de vitesses de déformation, de  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , notant une tendance à la diminution des contraintes maximales et du module d'Young à mesure que la vitesse de déformation augmentait (Figure 30).

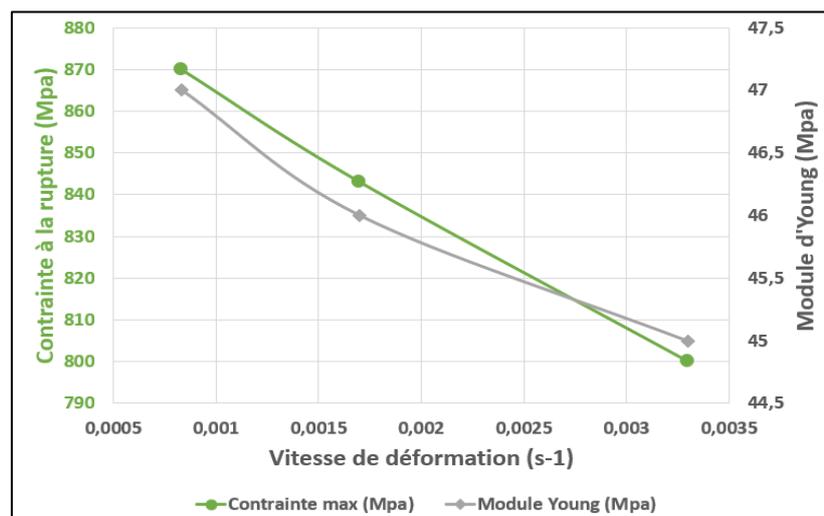


Figure 30 : Évolution du module d'Young et des contraintes à la rupture des fibres de lin seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [47]

De récentes études menées par Chokshi et al.[31] se sont intéressées à diverses fibres naturelles dont le lin sous forme de fibres techniques, démontrant une augmentation de la contrainte

maximale à de très faibles vitesses de déformation comprises entre  $0.2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1.25 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , avant une diminution apparente pour des valeurs supérieures de  $1.25 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (Figure 31).

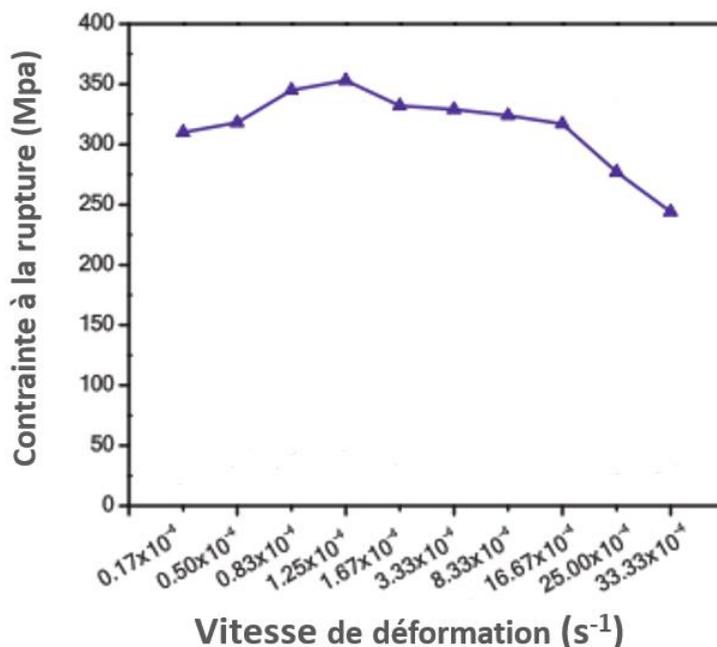


Figure 31 : Évolution des contraintes à la rupture des fibres de lin seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $0.2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [31]

Récemment, Lefebvre et al. [43] ont entrepris l'étude de fibres élémentaires d'une longueur utile de 10 mm, fixées entre deux supports en papier de verre à l'aide de cyanoacrylate. Cette configuration de support vise à prévenir tout glissement dans les pinces de fixation. Trois vitesses de déformation ont été examinées pour évaluer leur effet sur les fibres :  $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $1.7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $1.7 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Ils constatent que l'accroissement de la vitesse de déformation influe sur les caractéristiques mécaniques des fibres individuelles : à mesure que la vitesse augmente, la contrainte à la rupture et le module longitudinal diminuent significativement, confirmant ainsi les informations déjà présentes dans la littérature. Cependant, la déformation à la rupture ne semble pas être impactée par cette augmentation de la vitesse de déformation.

Vitesse de déformation [ $\text{s}^{-1}$ ]		Contrainte à rupture [MPa]	Module long. final [GPa]	Module long. initial [GPa]	Déformation à rupture [%]	Diamètres moyens [ $\mu\text{m}$ ]	Tests exploitables
0.0017	Moy.	754.1	60.1	37.2	1.6	16.14	26
	Ecart type.	(349.81)	(28.0)	(14.9)	(0.4)	(3.96)	
0.017	Moy.	532.7	39.86	21.8	1.8	15.04	33
	Ecart type.	(319.1)	(23.96)	(15.9)	(0.6)	(5.20)	
0.17	Moy.	358.0	35.0	16.3	1.6	15.49	26
	Ecart type.	(198.9)	(20.6)	(12.9)	(0.6)	(5.11)	

Figure 32 : Résultat des essais dynamiques sur fibres élémentaires de lin seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $1.7 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  [43]

À ce jour, les recherches sur la sensibilité des fibres de lin aux variations de vitesse de déformation se sont donc largement concentrées sur des valeurs relativement basses. Nos travaux visent à combler cette lacune en explorant les propriétés mécaniques à des vitesses de déformation bien plus élevées, de l'ordre de  $100 \text{ s}^{-1}$ . Cette démarche permettra de mieux appréhender les comportements des matériaux lors de scénarios de crash ou d'impacts, offrant ainsi des perspectives essentielles pour les secteurs de l'industrie automobile et aéronautique.

## II.1.4. Les renforts de bambou

### II.1.4.1. Généralités

Il s'agit d'une herbe de grande taille appartenant à la vaste famille des graminées, à la sous-famille des Bambusoideae et à la super tribu des Bambusodae. À l'intérieur de cette tribu, le bambou est est réparti en trois tribus distinctes :

- Bambuseae : bambou des régions tropicales et subtropicales
- Olyreae : bambous des régions tropicales d'Amérique latine.
- Arundinarieae : bambou des régions tempérée

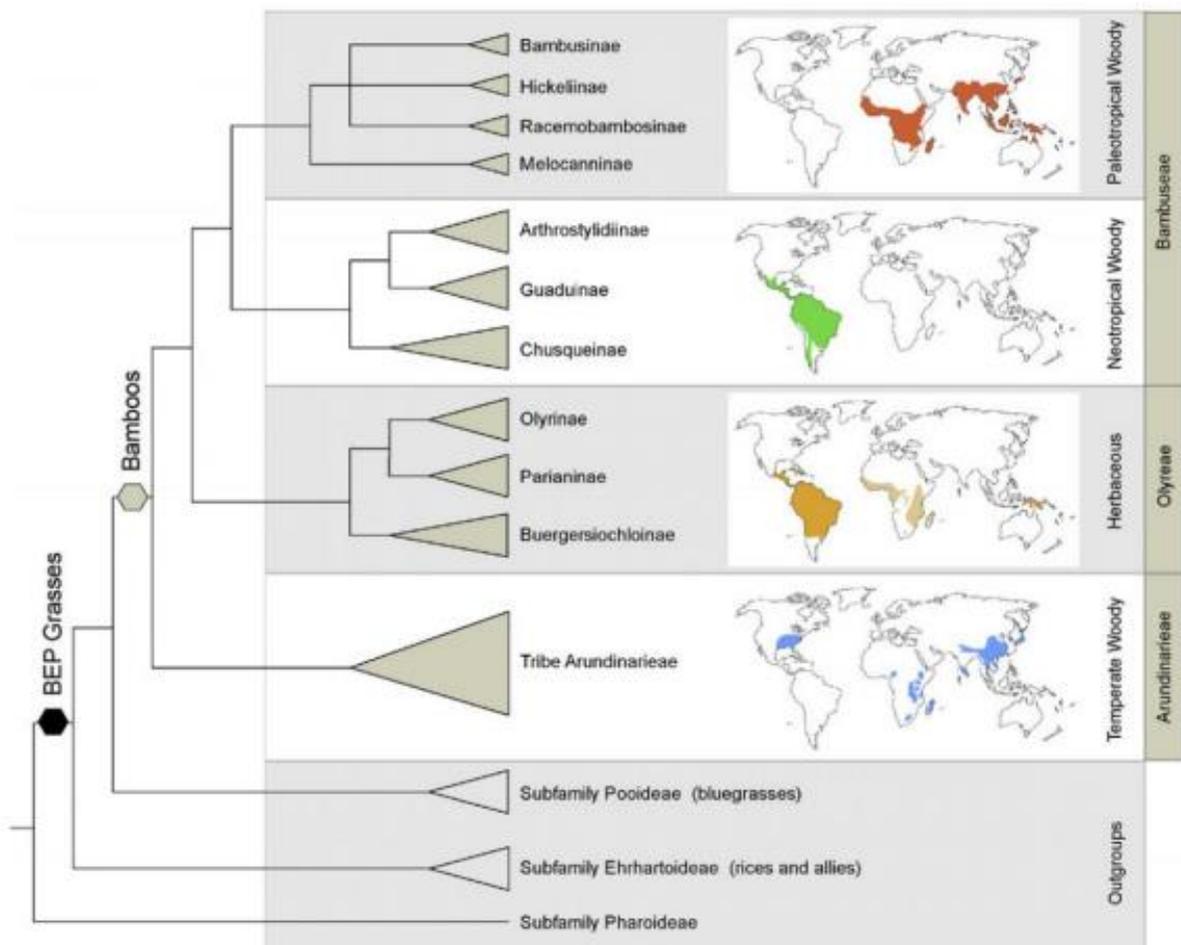


Figure 33 : Diagramme phylogénétique représentant la famille des bambous [26]

Le bambou est une des ressources végétales ayant le plus grand potentiel de croissance rapide dans le monde, il peut pousser jusqu'à 3 cm par heure et atteindre près de 40 m., il se démarque des

autres graminées par son aspect arborescent et ses tiges ligneuses, qui sont souvent de grande longueur. Les propriétés des fibres de bambou dépendent principalement de la zone de culture, des méthodes d'extraction, des dimensions de la tige et des conditions d'humidité du sol et de la température. Certaines espèces sont matures au bout de 3 ans mais idéalement il faut attendre entre 6 et 7 années pour obtenir des qualités de fibres optimales. Son abondance dans la nature avec plus de 1000 espèces différentes le rendent particulièrement attractif pour être utilisé comme renfort dans les matériaux composites [24].

L'analyse du cycle de vie (ACV) révèle que les fibres de bambou ont un impact environnemental très inférieur à celui des fibres de verre, ce qui se traduit par une diminution de tous les indicateurs. Comme le montre la Figure 34, il existe une différence avantageuse pour les fibres de bambous vis à vis des fibres de lin d'un point de vue respect de l'environnement, cet écart significatif se trouve dans le potentiel d'eutrophisation entre ces deux fibres. En effet le lin est associé à une utilisation intensive d'engrais lors de sa culture, ces engrais riches en nutriments se déversent dans l'eau et favorisent la croissance de la matière organique, entraînant ainsi l'eutrophisation. Le bambou est cultivable sans engrais ni pesticide car dépourvu de ravageurs, offrant un revenu net annuel estimé entre 10 000 et 25 000 € à l'hectare pondéré sur quinze ans [25].

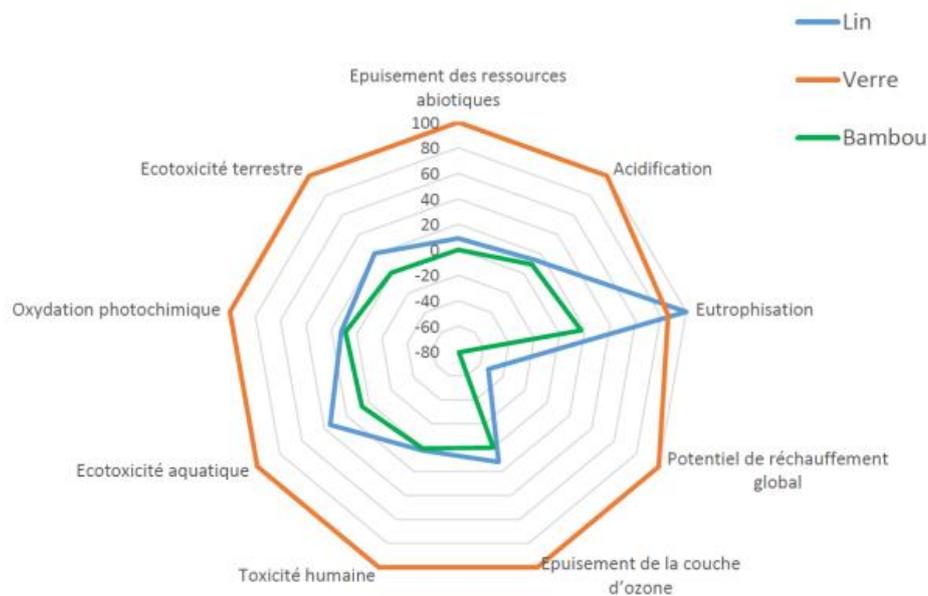


Figure 34 : Impacts environnementaux de la production de bambou comparés aux fibres de lin et de verre [26]

#### II.1.4.2. Structure du bambou

À l'échelle macroscopique, le bambou se présente sous la forme d'un tube fin et creux, segmenté en plusieurs inter-nœuds, qui sont les sections lisses et allongées de la tige (Figure 35). Chaque inter-nœud est séparé par un nœud, doté de son propre diaphragme, une paroi transversale interne qui renforce la structure. Ces diaphragmes jouent un rôle crucial en prévenant les instabilités ou flambements causés par les sollicitations de flexion et en stoppant la propagation des fissures le long de la tige, conférant ainsi au bambou une remarquable résistance structurelle. La partie utilisable de la tige se situe principalement entre les nœuds, offrant des segments de matière continue et homogène, prise pour diverses applications en raison de sa combinaison de légèreté et de robustesse.

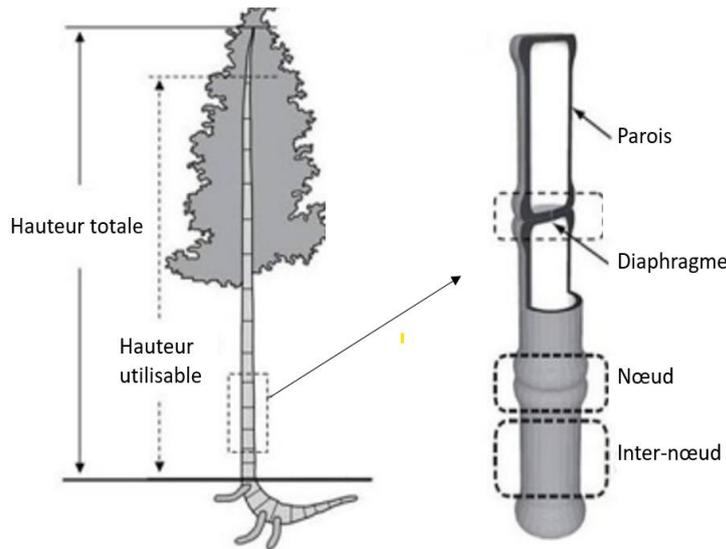


Figure 35 : Différents segments du bambou à l'échelle macroscopique [23]

Le bambou est considéré comme un matériau composite renforcé par des faisceaux vasculaires et de cellules de parenchyme qui jouent le rôle de matrice (Figure 36). Les faisceaux vasculaires sont composés de cellules unidirectionnelles de sclérenchyme faisant office de fibres et représentent entre 21 et 40% de la fraction volumique [27], ceci inclut environ 5 à 8% de porosités appelées xylème dans lesquelles sont transportés l'eau et les nutriments. Le reste de l'espace est occupé par des tissus spongieux que sont les cellules de parenchyme.

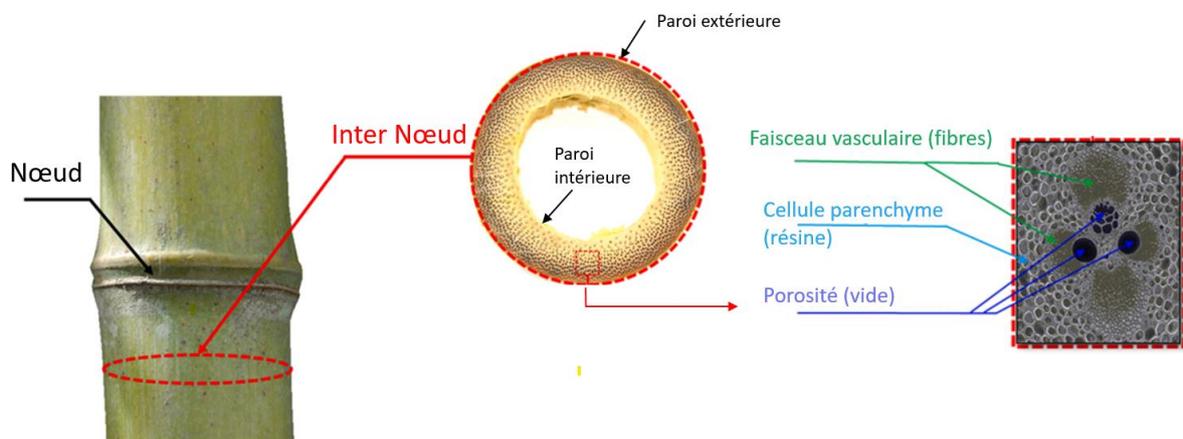


Figure 36 : Représentation de la structure du bambou jusqu'à l'échelle microscopique [29]

La distribution des fibres dans la section du bambou n'est pas homogène, on retrouve une densité fibreuse bien plus importante plus on se rapproche de la paroi extérieure (60% de fraction volumique) comparé aux zones proches de la paroi intérieure (entre 10 et 15%) [27]. Le résultat de cette augmentation de la densité fibreuse de l'intérieur vers l'extérieur est la résistance bien supérieure des couches prélevées vers l'extérieur de la tige du bambou.

### II.1.4.3. Propriétés mécaniques du bambou

Richmond et al [28] ont étudié le bambou sous forme de rubans, extraits dans la direction longitudinale de la canne par un processus entièrement mécanique. Ils proviennent de bambous de 3 ans, cultivés et récoltés à la même date afin de minimiser ainsi une trop grande variation des

résultats. Leur section est d'environ  $1.5\text{mm}^2$ , avec une épaisseur  $0,3\text{ mm}$  et une largeur de  $5\text{ mm}$ . Une centaine d'échantillons provenant de divers rubans ont été caractérisés à température ambiante. Comme l'indique la Figure 37, le comportement observé est clairement de type élastique fragile, les rubans présentent une valeur de module de Young de  $10,0 \pm 2,4\text{ GPa}$  avec contrainte maximale de  $210 \pm 44\text{ MPa}$  et une déformation à la rupture de  $2,5\%$ .

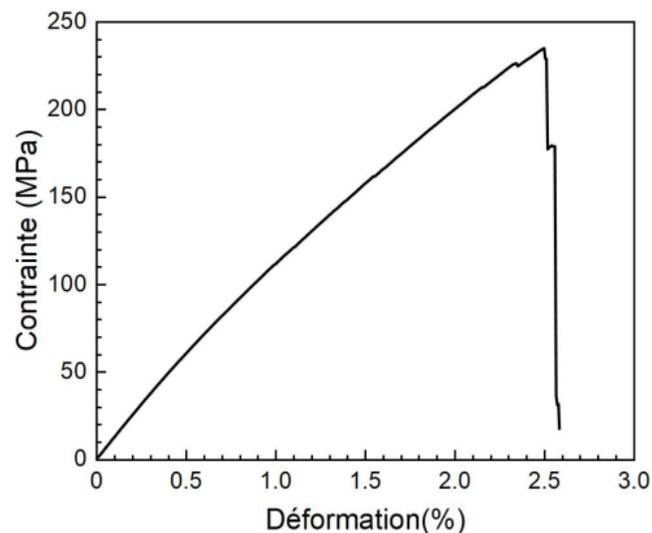


Figure 37 : Courbe contrainte déformation d'un ruban de bambou à température ambiante [28]

En raison de son agencement particulier, le bambou présente une forte anisotropie et une hétérogénéité marquée. Une analyse de l'impact de la morphologie des rubans a été réalisée par Richmond et al [28], notamment de la sensibilité de la section sur les modules d'Young (Figure 38). Une augmentation du module est constatée lorsque la section du ruban diminue, les rubans de sections plus petites ont un module de Young de  $11,6 \pm 0,9\text{ GPa}$  contre  $6,7 \pm 1,7\text{ GPa}$  pour les rubans de sections plus importantes, ce résultat est attribué à la quantité de fibres plus élevée dans les rubans de petites sections.

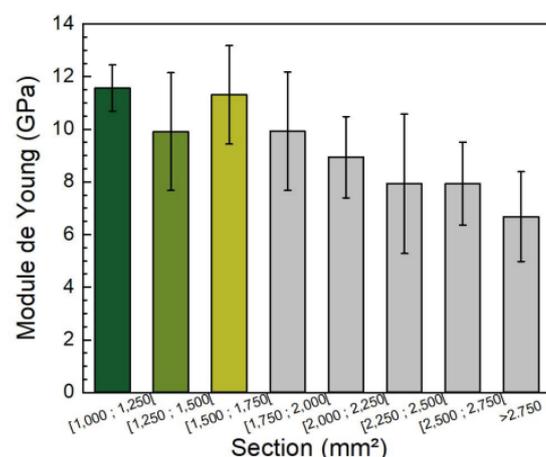


Figure 38 : Influence de la section du ruban de bambou sur le module d'Young [28]

Une observation similaire a été faite concernant les contraintes maximales (Figure 39), montrant que les rubans de plus petite section présentent des contraintes à la rupture sensiblement plus élevée.

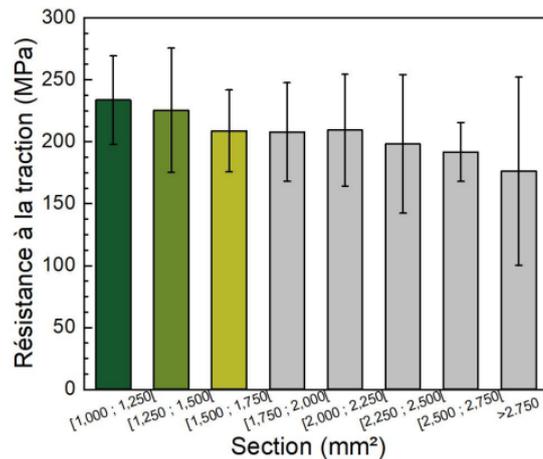


Figure 39 : Influence de la section du ruban de bambou sur la contrainte maximale [28]

#### II.1.4.4. Sensibilité à la température du bambou

L'analyse de la stabilité thermique des rubans de *Phyllostachys viridiglaucens* a été réalisée par Richmond et al. [28] thermogravimétrie analytique (ATG) sous atmosphère oxydante, couvrant l'ensemble de la plage de température jusqu'à la décomposition complète de l'échantillon. Les courbes de variation de masse en fonction de la température ainsi que leurs dérivées montrent que la dégradation des rubans de bambou suit un processus en trois étapes, comme toute fibre végétale typique. Une première phase de déshydratation de l'échantillon se manifeste par une perte de masse d'environ 7 %, se produisant dans la plage de température de 25 à 100 °C. Après la déshydratation initiale de l'échantillon, aucun changement significatif n'est observé jusqu'à 200 °C. À cette température, la dégradation débute avec une perte de masse rapide attribuable à la décomposition des hémicelluloses, constituants les moins stables thermiquement, révélée par l'analyse DTG avec l'épaulement à 284 °C. Aux températures supérieures, un second pic est identifié avec une perte maximale de masse à 316 °C. Cette dégradation est principalement associée à la cellulose qui se produit entre 316 et 400 °C. Le dernier pic observé à 471 °C met en évidence la décomposition de la lignine, composé qui présente la décomposition la plus résistante, s'opérant lentement sur une vaste plage de températures allant de 210 à 900 °C.

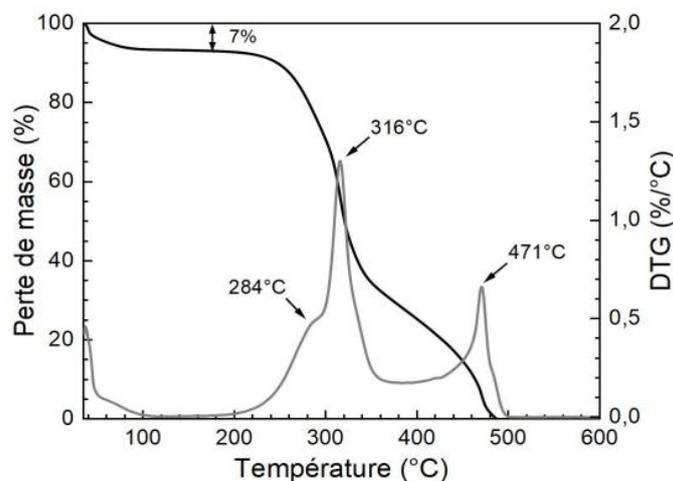


Figure 40 : ATG et DTG sous air d'un ruban de bambou *Phyllostachys viridiglaucens* [28]

Lods et al [26] ont aussi analysé les thermogrammes des trois échantillons situés à trois différentes positions radiales de la tige, ils révèlent un comportement similaire sur la plage de température. La perte de masse jusqu'à 100°C correspond à l'évaporation initiale de l'humidité avec un taux d'environ 8% pour tous les échantillons. La perte observée entre 200°C et 300°C est attribuable à la dégradation des hémicelluloses, la pente est plus marquée de l'extérieur vers l'intérieur de la tige, indiquant une concentration plus élevée d'hémicelluloses dans la partie interne du bambou. Entre 300°C et 350°C, la cellulose subit une décomposition. Les pics associés à la dégradation de la cellulose sur les profils DTG montrent une vitesse de décomposition maximale à 320°C. La composante amorphe se dégrade en premier, et l'épaule correspond à la dégradation de la composante cristalline. L'amplitude de ce premier pic diminue de la partie externe à la partie interne ce qui est en corrélation avec le taux de fibres dans les différentes sections du rayon.

Cette étude révèle que la stabilité thermique du bambou peut varier sensiblement en fonction de la position radiale, avec une stabilité thermique plus élevée dans les zones externes, plus riches en fibres.

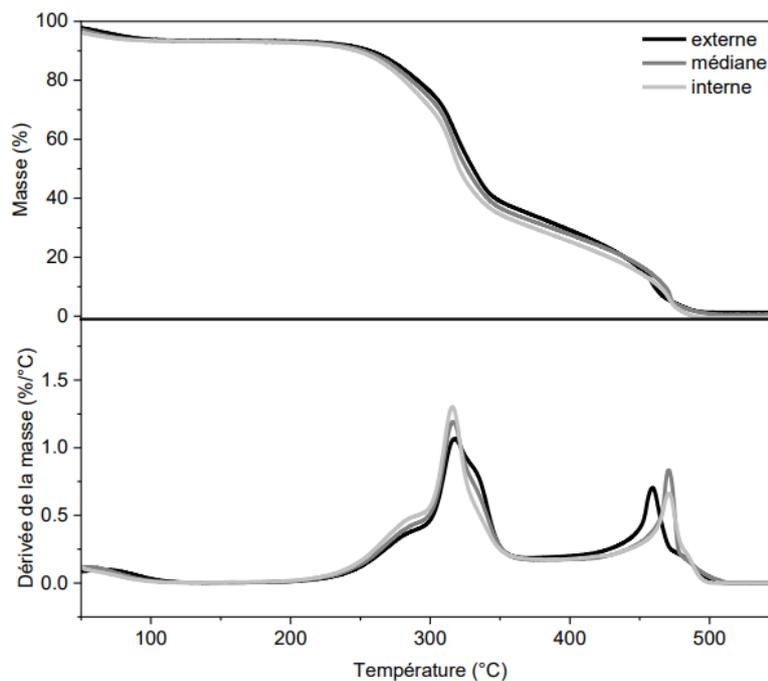


Figure 41 : ATG et DTG sous air d'un ruban de bambou *Phyllostachys viridiglaucens* pour différentes positions radiales [26]

Ces premières constatations indiquent que la sélection de la matrice polymère pour l'introduction du renfort de bambou doit prendre en considération la résistance thermique de ce dernier.

#### II.1.4.5. Sensibilité à la vitesse de déformation du bambou

L'étude de l'influence de la vitesse de déformation sur les fibres de bambou ou sur des échantillons de bambou directement prélevés dans la tige représente un domaine de recherche largement sous-exploré à ce jour. Malgré l'essor croissant de l'intérêt pour l'utilisation du bambou, notamment dans le contexte de la réduction des émissions de CO<sub>2</sub> et des matériaux de construction durables, peu d'études se sont penchées sur cette analyse spécifique.

Hu et al [30] ont lancés en 2018 des essais en quasi-statique puis en dynamique avec une machine de type barre d'Hopkinson afin d'investiguer l'effet des vitesses de déformations comprises entre  $500\text{s}^{-1}$  et  $2200\text{s}^{-1}$  sur le comportement mécanique en compression du bambou sans ajout de résine. Les échantillons ont directement été prélevés dans la tige du bambou et sont donc constitués à la fois de fibres mais aussi de parenchyme. Afin de prendre en également en considération l'influence de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique du matériau, les éprouvettes ont été prélevées pour certaines dans le sens des fibres et pour d'autres perpendiculairement aux fibres. Les observations permettent de conclure à une grande sensibilité du bambou à la vitesse de déformation en compression à la fois dans le sens des fibres mais aussi dans la direction perpendiculaire, se caractérisant par un comportement clairement ductile en compression (Figure 42). Avec l'augmentation de la vitesse de déformation, la limite élastique passe de  $38,6\text{ MPa}$  à  $94,3\text{ MPa}$  pour les spécimens orientés dans le sens des fibres, alors qu'elle augmente de  $7,18\text{ MPa}$  à  $42,04\text{ MPa}$  pour les spécimens prélevés perpendiculairement aux fibres. Dans les divers essais réalisés, on constate une tendance à l'augmentation du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la déformation maximale, bien que les données manquent dans la plage située entre le quasi-statique et les  $100\text{s}^{-1}$  en termes de vitesse de déformation. Suite à une première analyse visuelle des échantillons extraits dans le sens longitudinal, il semble que l'augmentation du module d'élasticité ne soit pas significativement différente entre celui mesuré en statique et celui observé à  $500\text{ s}^{-1}$ .

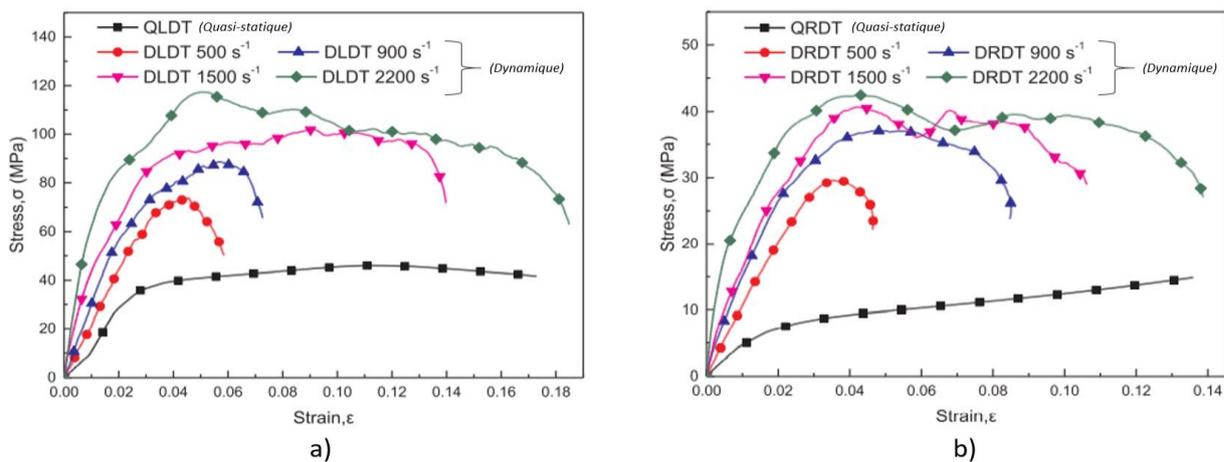


Figure 42 : Courbes contrainte déformation en compression du bambou pur à différentes vitesses de déformations, éprouvettes sens fibre a), perpendiculaire aux fibre b) [30]

L'étude de Chokshi et al [31] s'est concentrée sur la sensibilité des fibres de bambou, laissant de côté l'analyse du bambou sous forme de ruban. Ces fibres, provenant de l'industrie textile, se présentent sous la forme de fibres techniques regroupant environ 12 fibres unitaires par faisceau, avec une distance de 100 mm entre les pinces de fixation. Cette recherche a permis de suivre l'évolution de la contrainte maximale sur une plage de vitesses de déformation allant de  $0,2 \cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  et  $3 \cdot 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ . Les résultats ont révélé une augmentation significative de la contrainte maximale pour des valeurs de vitesse de déformation comprises entre  $0,2 \cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  et  $3 \cdot 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , passant approximativement de  $42\text{ MPa}$  à  $50\text{ MPa}$ , avant de décliner de manière plus marquée jusqu'à atteindre  $30\text{ MPa}$  (Figure 43). Les vitesses de déformation restent relativement modestes, nos travaux visent donc à explorer le comportement du bambou à des vitesses d'environ  $100\text{ s}^{-1}$ . Ce

projet ambitieuse non seulement d'observer les contraintes maximales, mais également de recueillir des informations précises sur l'évolution du module d'Young et de la déformation à la rupture à cette vitesse, un domaine actuellement peu documenté dans la recherche scientifique.

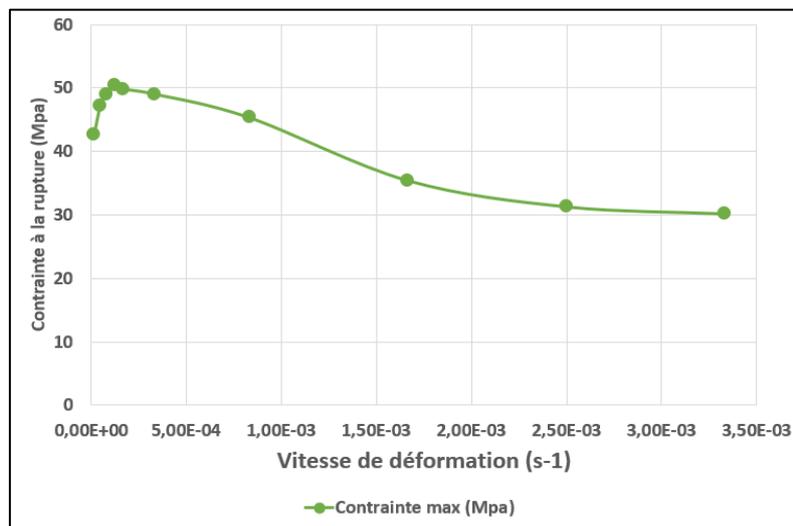


Figure 43 : Évolution des contraintes à la rupture des fibres de bambou seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $0.2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [31]

## II.1.5. Les fibres minérales de basalte

### II.1.5.1. Généralités

Les fibres de basalte sont des fibres minérales inorganiques dérivées du basalte, une forme de roche volcanique qui est abondante et représente jusqu'à 33% de la croûte terrestre. On la trouve notamment dans les pays de l'est de l'Asie, celles situées en Ukraine sont spécifiquement adaptées à la production sous forme de fibres car elles ont un taux de  $\text{SiO}_2$  au-dessus de 46% et une viscosité adéquate [48], [49]. Le processus de production de ces fibres, présenté sur la Figure 44, est complexe et nécessite des températures élevées et une technologie spécialisée. L'extraction du basalte est la première étape de la production de fibres, il est généralement extrait dans des carrières à ciel ouvert pour être ensuite transporté vers l'installation de production où elle est stockée dans un silo (1). La roche est alors acheminée vers la station de chargement du four (4) via un système de routage (2), (3) avant d'être chauffée à des températures très élevées dans un four (5), généralement entre  $1400^\circ\text{C}$  et  $1600^\circ\text{C}$ , ce qui la fait fondre. Lorsque le mélange est suffisamment homogène en termes de température et de composition, il est transféré dans une seconde zone où la régulation de la température est plus précise (6). La lave fondue est ensuite filée à travers une plaque perforée ou une filière (7) pour former des fibres, ce processus est similaire à celui utilisé pour la production de fibres de verre. L'opération de filage est effectuée à l'aide d'un dispositif de bobinage qui ajuste sa vitesse en fonction du diamètre moyen souhaité (8), (9), (10). Après le filage, les fibres sont rapidement refroidies, ce qui leur permet de conserver leur forme, elles sont alors enroulées sur des bobines pour faciliter le stockage et le transport. En fonction de l'application finale, les fibres de basalte peuvent subir un traitement de surface pour améliorer leur adhérence à diverses résines et polymères. Cela peut impliquer l'application de divers agents de couplage de type silane.

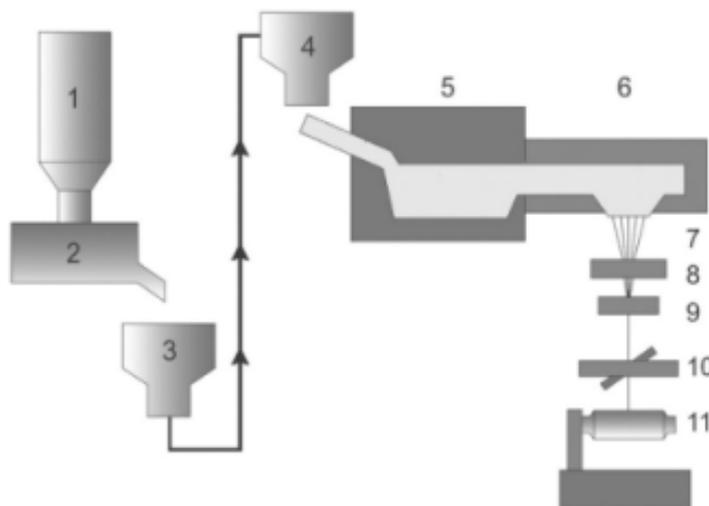


Figure 44 : Procédé de fabrication des fibres de basaltes [50]

La composition chimique des fibres de basalte, décrite et comparée aux fibres de verres en Figure 45, est donc déterminée par la constitution du magma initial et peut varier considérablement en fonction des régions. Le basalte naturel est modifié à l'aide de divers oxydes pour stabiliser sa composition entre les différentes productions. Les fabricants doivent garantir une reproductibilité maximale dans leur processus afin que les paramètres tels que la température de fusion et la viscosité ne changent pas, préservant ainsi les propriétés mécaniques et la fiabilité de la roche. Les oxydes qui sont principalement présents dans les fibres de basalte sont la silice  $\text{SiO}_2$  et représentent environ 50% de la masse totale des fibres, viennent ensuite les alumines  $\text{Al}_2\text{O}_3$  à hauteur de 16%, les oxydes ferreux  $\text{FeO}$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  à 10%, la chaux  $\text{CaO}$  à 8% et la magnésie  $\text{MgO}$  à 6%. En comparant ces compositions à celles des fibres de verre, on constate que les principaux constituants sont les mêmes, la silice et l'alumine étant les oxydes les plus présents. Contrairement au verre, le basalte contient une grande quantité d'oxyde ferreux, ce qui lui confère une teinte plus sombre, et est faiblement riche en chaux.

$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{FeO}$ $\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{SO}_3$	$\text{TiO}_2$
48.4	14.7	15.3	7.7	4.7	1.6	3.0	-	-	-
52.2	17.7	10.2	8.9	4.5	0.7	4.0	0.4	0.07	-

} Fibre de basalte

$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{FeO}$ $\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{SO}_3$	$\text{TiO}_2$
52-56	12-16	0-0.8	16-25	0-5	0-2	-	-	-	0-1.5

} Fibre de verre E

Figure 45 : Composition chimique des fibres de basalte et de verre [51]

Les prix des fibres de verre et des fibres de basalte sont très similaires, avec respectivement 2,19 € pour les fibres de verre E et 2,24 € pour les fibres de basalte par kilo de matière. Il est également à noter que leurs densités sont assez proches, bien que la masse volumique du basalte soit légèrement supérieure, soit 2695 kg/m<sup>3</sup> contre 2575 kg/m<sup>3</sup> pour le verre (Figure 46).

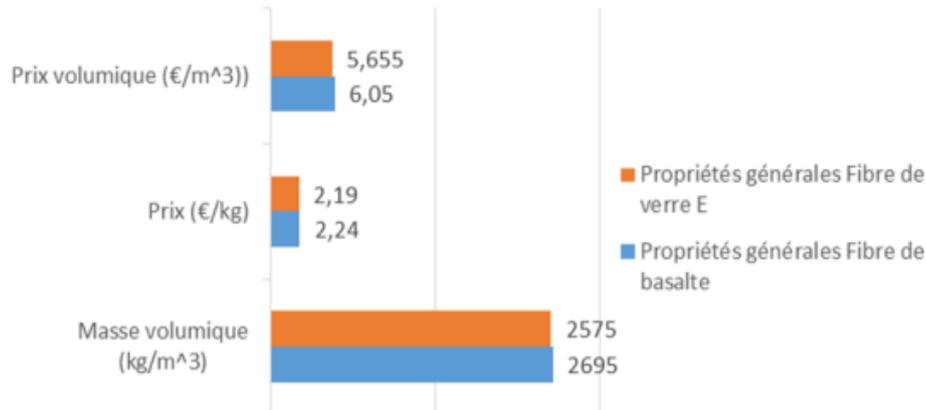


Figure 46 : Prix et densité des fibres de basalte et de verre [52]

En termes d'impact environnemental, la production de fibres de basalte est nettement meilleure que celle des fibres de carbone et de verre (Figure 47). Cependant, la quantité d'énergie nécessaire pour faire fondre le basalte est sensiblement plus élevée. En effet, pour les fibres de basalte, la température de fusion se situe généralement entre 1400 et 1600 °C. Cela dépend de la composition spécifique du basalte utilisé, qui peut varier en fonction de la source de la roche volcanique. En revanche, pour les fibres de verre, le processus de fusion commence à environ 1400 °C mais le verre devient visqueux entre 1400 et 1000 °C et c'est dans cette plage de température que commence le formage. De plus, il est important de noter qu'en Europe, les fibres de basalte ne sont pas actuellement enregistrées dans la base de données REACH (Enregistrement, évaluation, autorisation et restriction des produits chimiques).

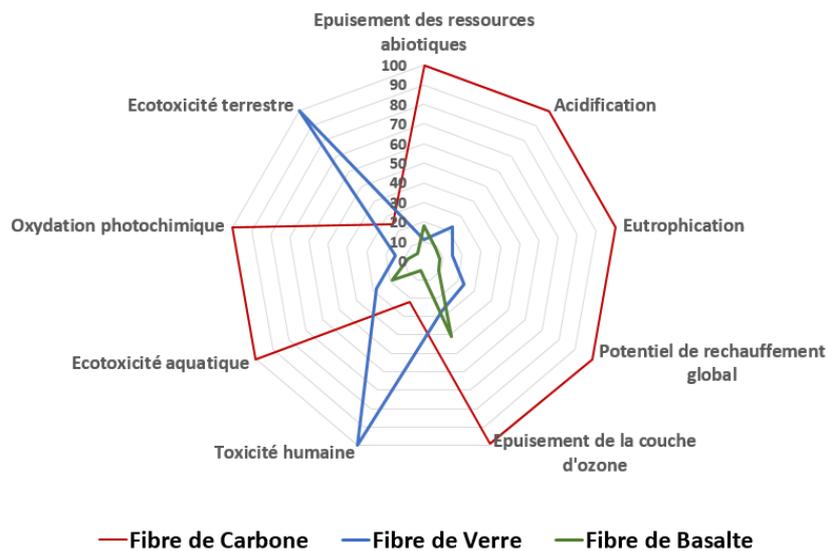


Figure 47 : Impacts environnementaux de la production de fibres de basalte comparées aux fibres de carbone et de verre [53]

### II.1.5.2. Propriétés mécaniques et thermiques des fibres de basaltes

Les fibres de basalte présentent des propriétés mécaniques comparables à celles des fibres de verre, tout en offrant une température de service maximale supérieure à celle des fibres de verre et de carbone (Figure 48). Cette caractéristique unique des fibres de basalte leur confère un avantage significatif dans diverses applications structurales, où la résistance à des températures élevées est

cruciale et laisse présager une meilleure capacité à résister à un processus de recyclage thermique en fin de vie d'un composite tout en conservant une efficacité de renforcement appropriée.

	Basalte	Verre E	Verre S	Carbone
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	2.63–3.05	2.54–2.62	2.46–2.54	1.78
Contrainte max. en traction (Mpa)	3000–4840	3100–3800	4020–4830	3500–6000
Module d'Young (Mpa)	79.3–110	72.5–78	83–91	230–600
Déformation à la rupture (%)	3.1–3.2	4.7	5.3–5.6	1.5–2.0
Température d'utilisation max. (°C)	650	380	300	500

Figure 48 : Propriétés mécaniques des fibres de basaltes, de verres et de carbone [54]

Le basalte est connu pour avoir un comportement de type élastique fragile, et ce jusqu'à des températures relativement élevées de l'ordre de 800°C, au-delà de cette température on observe une transition vers un comportement ductile [55]. Bhat et al [56] ont mesuré la rigidité en traction et la contrainte de rupture sur des torons de fibres de basalte de 300 tex à température ambiante mais également après une exposition à des températures élevées allant jusqu'à 450°C pendant 2h. Les mesures ont été effectuées en chargeant un toron de basalte de longueur de 150 mm entre les mors à une vitesse de chargement de 2 mm/min. Il en ressort que le module d'Young n'est pas affecté par l'exposition aux hautes températures, sa valeur est comprise entre 72.3 Gpa à l'ambiante et 72.1 Gpa à 450 °C. Par contre les contraintes maximales diminuent de manière significative au-delà de 250°C comme le démontre les courbes de comportement en Figure 49.

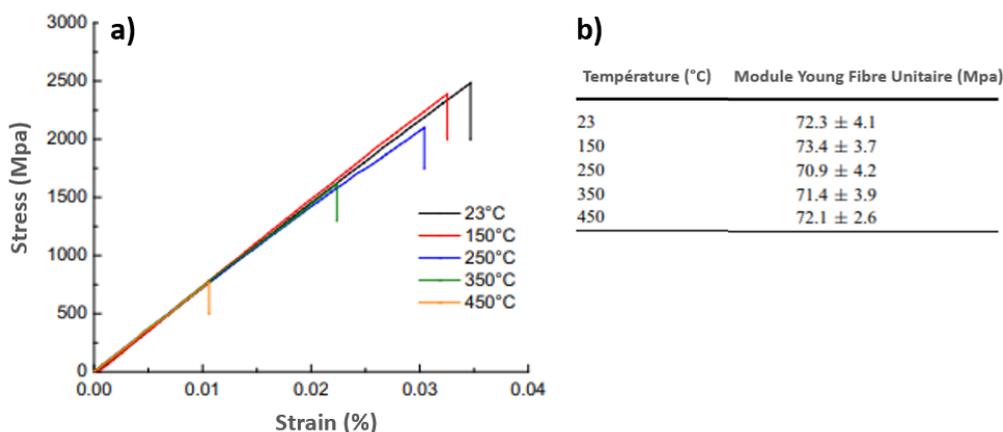


Figure 49 : a) Courbes contraintes - déformations des fibres de basalte pour différentes températures et b) modules Young associés [56]

Bhat et al [56] a également mené une analyse thermogravimétrique (TGA) sous air sur les fibres de basalte, à une vitesse de chauffage de 10 °C/min. Les résultats obtenus (Figure 50), n'ont révélé aucune perte de masse significative jusqu'à 600 °C hormis une légère perte de 1,5 % probablement due à la décomposition et à la vaporisation des agents d'ensimage qui commencent à subir une dégradation thermique au-delà des 250–300 °C [55]. La majorité de ces agents contiennent aussi de l'eau, ce qui justifie la légère perte de masse observée aux alentours de 100°C. Les fibres de basalte n'ont montré aucun indice de décomposition thermique qui pourrait affecter leurs propriétés mécaniques pour des températures inférieures à 600 °C.

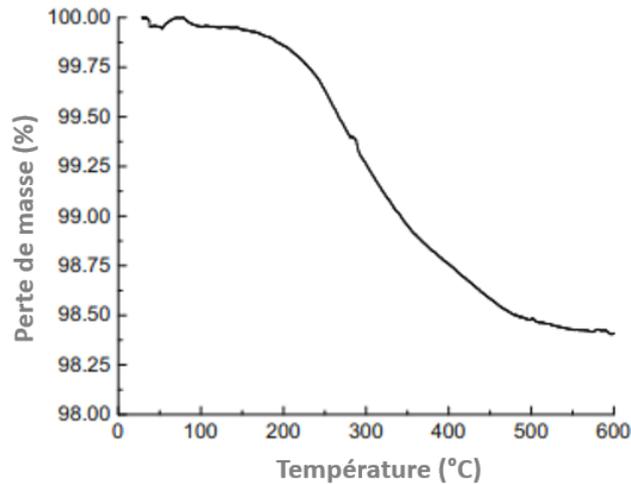


Figure 50 : Courbes ATG sous air pour des fibres de basalte [56]

### II.1.5.3. Sensibilité à la vitesse de déformation des fibres de basaltes

La caractérisation des fibres de basalte dans des conditions de dynamique rapide, sans l'utilisation de résines associées, demeure un domaine peu exploré dans la recherche des matériaux composites. Cette lacune de connaissances quant à l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques et le comportement des fibres de basalte seules représente un enjeu crucial dans la compréhension approfondie de ces matériaux durant ces travaux.

Zhu et al [58] ont menés des essais de traction en quasi-statiques ( $0,001 \text{ s}^{-1}$ ) ainsi que les essais à dynamiques à la fois sur une machine de traction servo-hydraulique et sur un dispositif de barre de traction split Hopkinson (SHTB) conçu en interne au sein du laboratoire. Dans le cadre des tests de caractérisation en dynamique, les échantillons de fibres de longueur utile de 10 mm, étaient préalablement insérés dans les encoches des barres, puis soigneusement liés à la barre incidente et à la barre de transmission à l'aide d'un adhésif spécifique (Figure 51), permettant de réaliser une campagne expérimentale entre  $600 \text{ s}^{-1}$  et  $3000 \text{ s}^{-1}$ . Les tests ont été effectués dans des conditions de température ambiante, avec une humidité relative d'environ 55 %. Pour garantir la fiabilité des résultats, chaque échantillon de fibres de basalte a été testé à minima trois fois à chaque taux de déformation, incluant également les essais quasi-statiques.

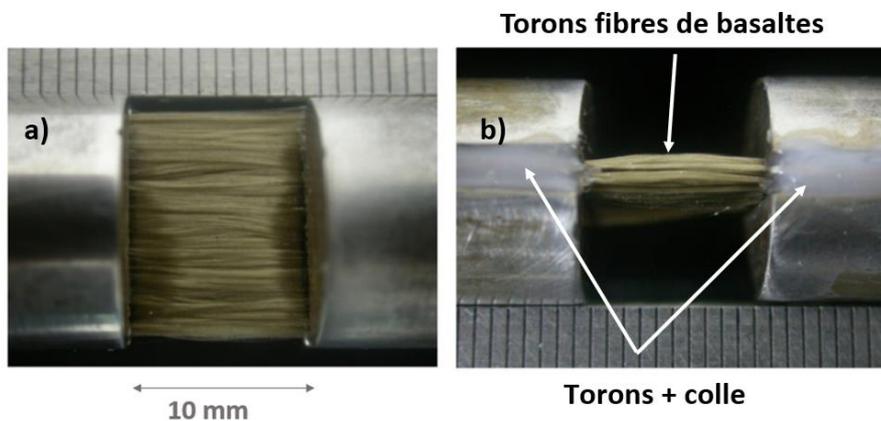


Figure 51 : Visualisations des échantillons de fibres de basalte pour les essais de caractérisation dynamiques, a) vue de face, b) vue de côté [58]

Les courbes contrainte-déformation des torons de fibres de basalte sont présentées dans la Figure 52, on constate que la fibre de basalte est sensible au taux de déformation dans cette plage étudiée.

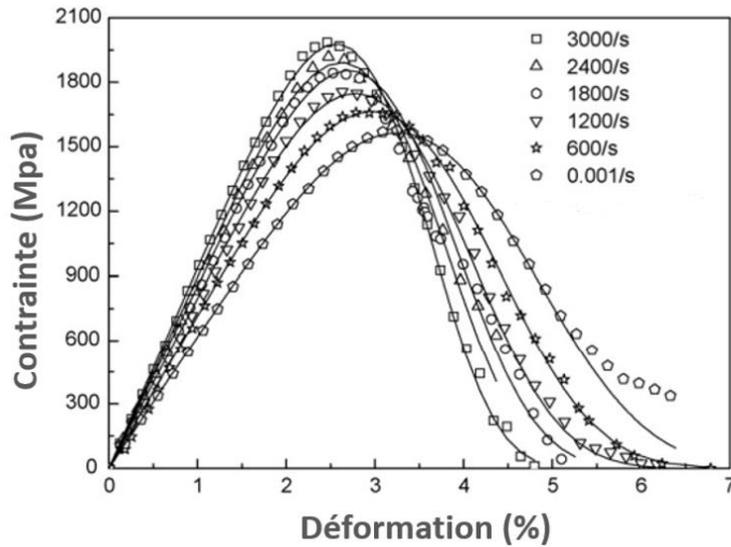


Figure 52 : Courbes contrainte-déformation des fibres de basaltes seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $3000 \text{ s}^{-1}$  [58]

La Figure 53 et la Figure 54 offrent un aperçu détaillé des relations entre les propriétés mécaniques des fibres de basalte et la vitesse de déformation. La Figure 53 expose les liens entre le module d'Young et la vitesse de déformation, tandis que Figure 54 met en évidence l'évolution de la résistance à la traction, de la déformation à la rupture en fonction de la vitesse de déformation. Ces observations révèlent une tendance commune : à mesure que la vitesse de déformation augmente, tant le module d'Young que la contrainte maximale à la traction connaît une augmentation, suggérant une réactivité des fibres de basalte à des chargements dynamiques plus intenses. En revanche, la déformation à la rupture diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation, signalant une possible fragilisation de ces fibres sous des sollicitations rapides.

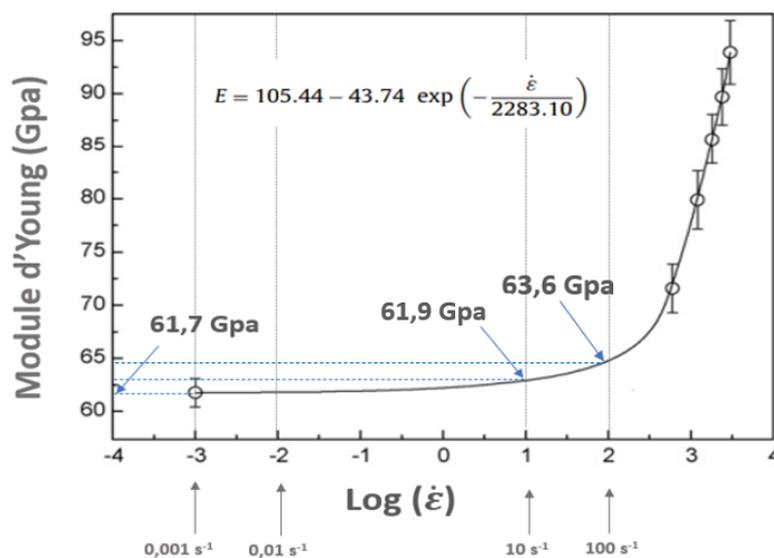


Figure 53 : Évolution du module d'Young des fibres de basaltes seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $3000 \text{ s}^{-1}$  [58]

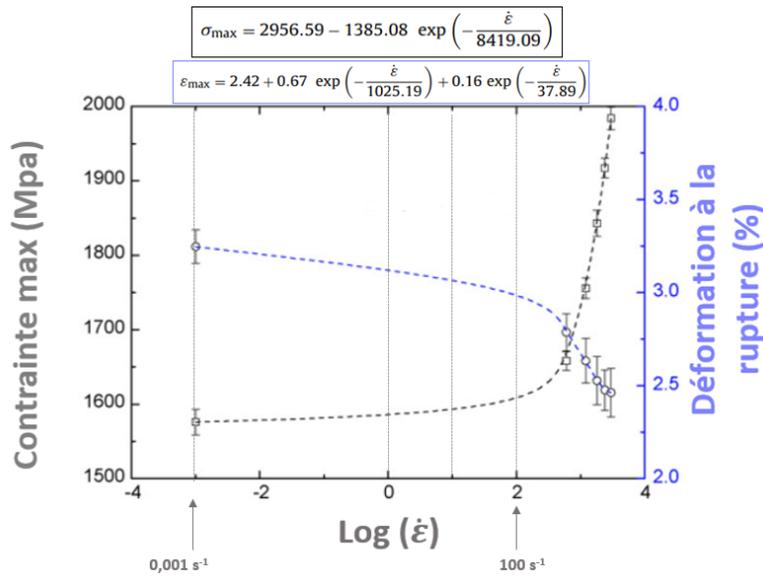


Figure 54 : Évolution des contraintes maximales et des déformations à la rupture des fibres de basaltes seules pour des vitesses de déformation comprises entre  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $3000 \text{ s}^{-1}$  [58]

Le manque de données lors de ces travaux pour les vitesses de déformation entre  $1$  et  $100 \text{ s}^{-1}$  a conduit à l'utilisation d'équations pour décrire ces relations, permettant ainsi une estimation des valeurs de la résistance maximale, des déformations à la rupture, et l'exploration des variations du module d'élasticité autour de la valeur cible de  $100 \text{ s}^{-1}$ , une vitesse de référence utilisée dans la présente étude. Notamment, l'estimation du module d'Young à  $100 \text{ s}^{-1}$ , évalué à  $63,6 \text{ MPa}$  comparé à  $61,7 \text{ MPa}$  en situation statique, révèle une augmentation relativement minime d'environ  $3 \%$ . Cette observation suggère que les fibres de basalte ne démontrent qu'une faible sensibilité, voire aucune, face à la vitesse de déformation en ce qui concerne le module d'Young jusqu'à  $100 \text{ s}^{-1}$ . En contraste, une tendance bien plus significative est observée pour le module d'élasticité à des taux de déformation élevés de  $3000 \text{ s}^{-1}$ . À cette vitesse, le module d'élasticité atteint  $93,7 \text{ MPa}$ , témoignant d'une augmentation remarquable de  $52 \%$ . En ce qui concerne les variations des contraintes maximales, la mesure à  $100 \text{ s}^{-1}$  de  $1587 \text{ MPa}$  représente une augmentation de seulement  $1 \%$  par rapport à la valeur de référence statique de  $1571 \text{ MPa}$ . Cependant, à une vitesse de  $3000 \text{ s}^{-1}$ , cette contrainte maximale a bondi de manière significative de  $26 \%$  pour atteindre  $1990 \text{ MPa}$ . La variation de la résistance à la traction s'avère donc moins prononcée que celle du module d'Young. En ce qui concerne les déformations à la rupture, la valeur enregistrée à  $0,001 \text{ s}^{-1}$  se situe à  $0.0325$ , enregistrant une baisse de  $6 \%$  à  $100 \text{ s}^{-1}$  pour atteindre  $0.0304$ , et chute à  $0.0246$  à  $3000 \text{ s}^{-1}$ , démontrant une diminution significative de  $24 \%$  à haute vitesse de déformation. Ces observations soulignent la réactivité des fibres de basalte à des taux de déformation élevés, illustrant ainsi une réponse dynamique significative de leurs propriétés mécaniques.

## II.2. Les polymères thermoplastiques

### II.2.1. Généralités

Les polymères thermoplastiques représentent une classe de matériaux polymères fondamentaux, connus pour leur adaptabilité et leur capacité à se ramollir sous l'effet de la chaleur, permettant ainsi leur mise en forme répétée. Contrairement aux résines thermodurcissables, ces polymères

conservent leur structure chimique lors du chauffage, ce qui leur permet de retourner à un état malléable à température élevée, puis de se solidifier une fois refroidis sans que cela n'affecte leurs propriétés mécaniques. Cette caractéristique unique permet des processus de fabrication souples, tels que le moulage par injection, l'extrusion et le thermoformage, offrant une flexibilité dans la conception des pièces. De plus, les polymères thermoplastiques présentent une résistance aux chocs supérieure, une bonne ductilité et une facilité de recyclage, offrant ainsi des avantages environnementaux et économiques.

Le recyclage des thermoplastiques est donc une caractéristique clé de ces polymères. En raison de leur nature réversible sous l'effet de la chaleur, les thermoplastiques peuvent être fondus, remodelés et refroidis plusieurs fois sans altérer leurs propriétés fondamentales. Les thermoplastiques sont recyclés de différentes manières :

- Recyclage mécanique : Les plastiques sont collectés, triés, nettoyés puis broyés en granulés. Ces granulés peuvent être réutilisés dans la fabrication de nouveaux produits plastiques.
- Recyclage chimique : Certains procédés permettent de décomposer les polymères en monomères ou en produits chimiques de base pour les réutiliser dans la synthèse de nouveaux polymères ou de produits chimiques.
- Recyclage énergétique : Lorsque le plastique ne peut être recyclé mécaniquement ou chimiquement, il peut être utilisé comme combustible pour produire de l'énergie dans des usines spécialisées.

Les polymères thermoplastiques sont des composés organiques ayant une structure en chaîne définie par leur motif élémentaire et son degré de polymérisation qui représente le nombre de répétitions du motif. On utilise le terme d'homopolymère lorsque la chaîne est constituée d'un motif obtenu à partir d'un unique monomère, et de copolymères quand deux monomères et plus ont été utilisés pour former une chaîne. A l'issue de la synthèse d'un polymère, les chaînes de thermoplastiques peuvent adopter une conformation régulière et ordonnée ou un arrangement plus aléatoire (Figure 55). La première forme est appelée phase cristalline, les chaînes s'alignent localement et adopte des conformations ordonnées de façon à favoriser un encombrement minimal. Cette organisation permet de définir des mailles cristallines périodique par la répétition spatiale d'agencements de chaînes. A l'inverse, on appelle phase amorphe les zones ayant une répartition plus chaotique où les chaînes voisines sont enchevêtrées les unes dans les autres.

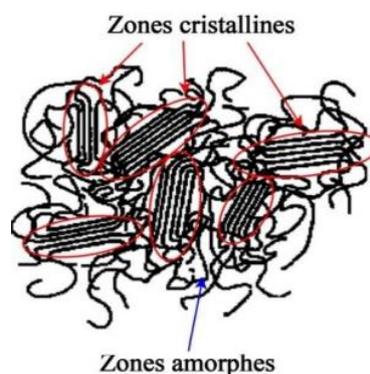


Figure 55 : Structure des polymères semi-cristallin [59]

Les thermoplastiques ne possèdent pas de liaisons fortes inter-chaînes, sous l'action de la température les chaînes peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres entraînant un ramollissement important. On définit pour ces matériaux une température critique, nommée température de transition vitreuse  $T_g$  qui marque le passage d'un état solide vitreux, à un état caoutchoutique, ainsi qu'une température de fusion  $T_m$  où le matériau voit ses propriétés mécaniques évoluer de nouveau (Figure 56). Le passage d'un état à un autre se fait sans endommagement des chaînes macromoléculaires, et est donc parfaitement réversible ce qui rend ces polymères recyclables. Il est important de constater que les polymères semi-cristallins possèdent une particularité intéressante après leur température de transition vitreuse. Contrairement aux polymères amorphes dont la rigidité chute fortement après cette transition, les semi-cristallins conservent une rigidité caoutchoutique élevée grâce à la structure cristalline qui limite la mobilité des chaînes même au-delà de cette température. Cela signifie qu'ils peuvent encore maintenir une certaine rigidité et résistance, ce qui les rend utilisables à des températures supérieures. Cette capacité permet aux polymères semi-cristallins de conserver des propriétés mécaniques intéressantes, même lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées, ce qui élargit considérablement leur plage d'utilisation par rapport aux polymères thermoplastiques amorphes

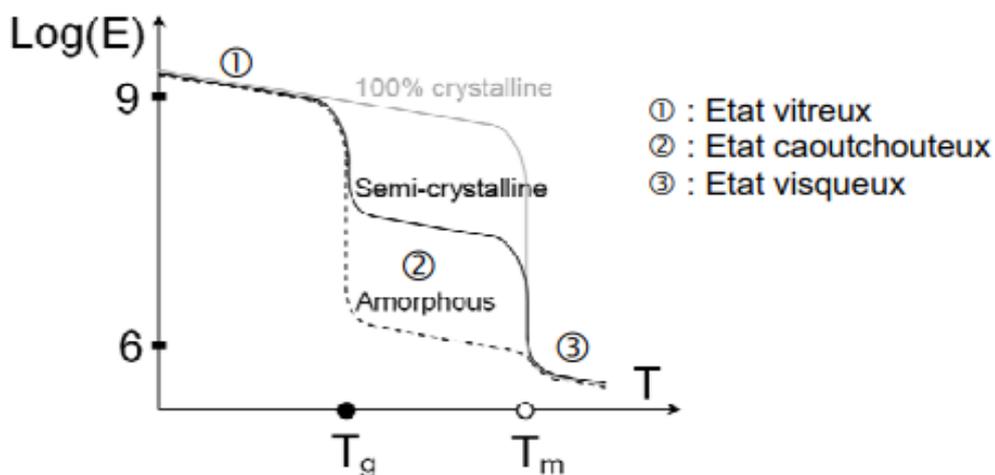


Figure 56 : Courbes d'évolution du module d'élasticité en fonction de la température pour des polymères amorphes et semi-cristallins [60]

Le comportement macroscopique observé des polymères semi-cristallins est extrêmement complexe et dépend des caractéristiques propres à chaque phase, ainsi que de l'interaction mécanique entre elles. Les matériaux semi-cristallins présentent des comportements qui varient en fonction de la vitesse et du temps. La dépendance à la vitesse se manifeste par une augmentation de la rigidité et de la limite d'élasticité à mesure que la vitesse de déformation augmente. Le temps nécessaire pour revenir à un état de contrainte nulle après la sollicitation du matériau met en évidence son comportement dépendant du temps. La réponse mécanique typique d'un polymère semi-cristallin ductile soumis à une traction uni axiale est résumée dans la Figure 57. La réponse mécanique de tous les polymères se caractérise par une composante viscoélastique et une composante viscoplastique. À de très faibles niveaux de déformation, le comportement est linéairement viscoélastique, tandis qu'avec l'augmentation de la charge, il devient progressivement viscoélastique non linéaire jusqu'à atteindre la limite d'élasticité. À des niveaux de déformation plus

élevés, la composante viscoplastique devient prédominante. Au-delà d'un certain seuil de déformation, la striction apparaît, caractérisée par la formation d'une zone de rétrécissement, indiquant le début de l'endommagement localisé du matériau. Ce processus est suivi d'un écoulement plastique stationnaire jusqu'à la rupture finale.

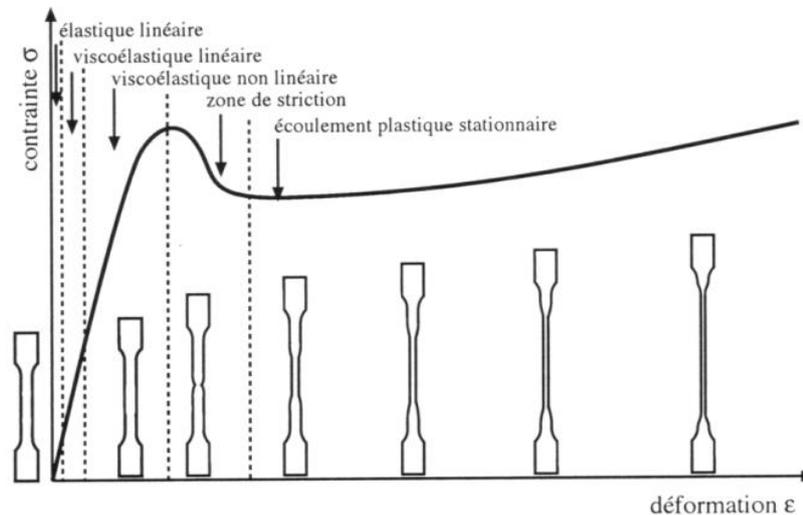


Figure 57 : Comportement en traction d'un polymère thermoplastique semi-cristallin à température ambiante et évolution de la forme de l'éprouvette [61]

Les résines thermoplastiques amorphes se caractérisent par leur comportement mécanique essentiellement viscoélastique. En dessous de leur température de transition vitreuse, ces polymères sont relativement rigides et cassants, présentant une réponse mécanique de type élastique ou viscoélastique fragile. Le PMMA (poly méthacrylate de méthyle acrylique), une résine thermoplastique amorphe, présente un comportement mécanique distinct selon la température (Figure 58). À des températures inférieures à 40°C, le PMMA affiche une caractéristique viscoélastique, montrant une faible plasticité voire une fragilité. Cependant, au-delà de 50°C, le PMMA se déforme considérablement, et sa capacité viscoplastique prédomine [62].

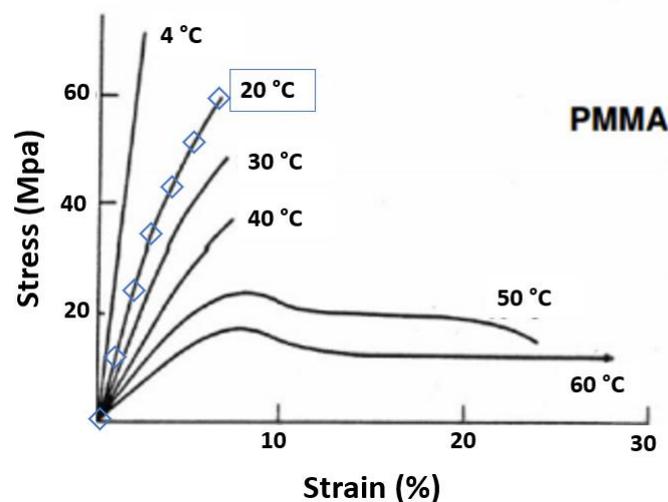


Figure 58 : Comportement en traction d'un polymère thermoplastique amorphe en fonction de la température [62]

## II.2.2. Analyses Dynamiques Mécanique (Dynamic Mechanical Analysis, DMA)

### II.2.2.1. Fondements méthodologiques

Les analyses de types Dynamic Mechanical Analysis (DMA) permettent de déterminer de les caractéristiques thermo-viscoélastiques des matériaux grâce à un excitateur dynamique et une chambre thermique, permettant des investigations dans une large gamme de températures. Fondamentalement, cet instrument, décrit sur la Figure 59, applique une excitation dynamique d'amplitude et de fréquence prédéfinies à un échantillon, qui peut être préchargé ou non à l'aide d'une unité statique. Les mesures des déformations et des forces dynamiques permettent d'établir la rigidité de cet échantillon. En utilisant la géométrie connue, les propriétés mécaniques du matériau, telles que le module de conservation  $E'$ , le module de perte  $E''$  et le facteur d'amortissement, également nommé facteur de perte  $\tan \delta$ , peuvent être déduites. La décomposition en un module de conservation et un module de perte nécessite de se situer dans le domaine de la viscoélasticité linéaire. Ce domaine est défini par une déformation appliquée suffisamment faible pour ne pas influencer l'analyse du comportement. En d'autres termes, le comportement doit dépendre uniquement de la vitesse de déformation, et non du niveau de déformation. L'ajout d'une enceinte thermique permet la réalisation d'essais sous des variations de température progressives, fournissant des données cruciales telles que la température de transition vitreuse  $T_g$  et par élévation suffisante de la température de l'enceinte thermique on identifie également la température de fusion  $T_f$ . Le module d'élasticité dynamique des matériaux courants baisse parallèlement à l'élévation de la température. Ces variations graduelles sont induites par des transitions de relaxation, telles que la transition vitreuse, ou par des changements de phase comme lors de la fusion. Les baisses observées dans le module d'élasticité coïncident avec les pics du facteur de perte  $\tan \delta$ . Parmi les méthodes les plus simples et précises pour déterminer la température de transition vitreuse, figure l'identification de la température correspondant au pic  $\alpha$  de relaxation mécanique principale de la courbe  $\tan \delta$ .

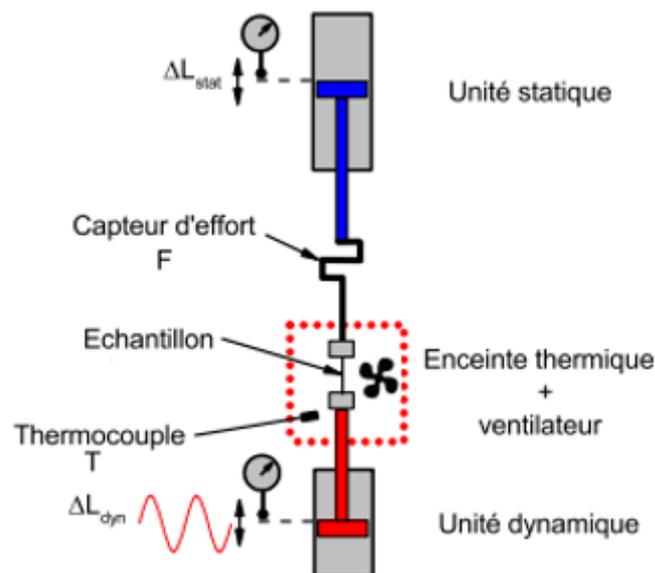


Figure 59 Description d'un dispositif expérimental DMA

Les matériaux sont catégorisés selon leur réaction face à une contrainte spécifique. L'approche ici consiste à appliquer des contraintes relativement modérées pour maintenir les échantillons dans le domaine élastique, évitant ainsi l'introduction de toute forme de plasticité ou d'endommagement. L'étude se concentre alors sur les comportements élastiques, visqueux et viscoélastiques observés au sein de divers polymères, fibres et composites. Lorsqu'un matériau se révèle exclusivement élastique, il ne subit que des déformations réversibles, alignant sa réponse en déformation  $\epsilon$  sans déphasage avec la contrainte  $\sigma$  appliquée, et obéissant ainsi à la loi linéaire de Hooke énoncée par l'équation ci-dessous. Cette élasticité peut être analogiquement assimilée à un ressort de module d'Young  $E$ .

$$\sigma = E \epsilon$$

Quand un matériau se révèle strictement visqueux, il présente une relation linéaire entre la force appliquée et la vitesse de déformation, caractéristique du modèle newtonien. Cette viscosité  $\eta$  peut être représentée par un amortisseur dans sa schématisation.

$$\sigma = \eta \frac{d\epsilon}{dt} = \eta \dot{\epsilon}$$

Dans le contexte d'un matériau viscoélastique, la déformation subie présente un décalage, noté  $\delta$  et désigné comme l'angle de perte, variant entre 0 et  $\pi/2$ . Ce type de comportement est représenté notamment par le modèle de Voigt, où un ressort est mis en parallèle avec un amortisseur pour décrire cette propriété. La Figure 60 illustre les comportements élastique et viscoélastique d'un échantillon soumis à une contrainte statique  $\sigma_s$ , suivie d'une contrainte dynamique  $\sigma_d$  oscillant autour de cette valeur. Dans le cas d'un comportement purement élastique, la déformation est en phase avec la contrainte appliquée alors que pour un comportement viscoélastique, on observe un décalage représenté par l'angle de perte  $\delta$  entre la réponse et la sollicitation.

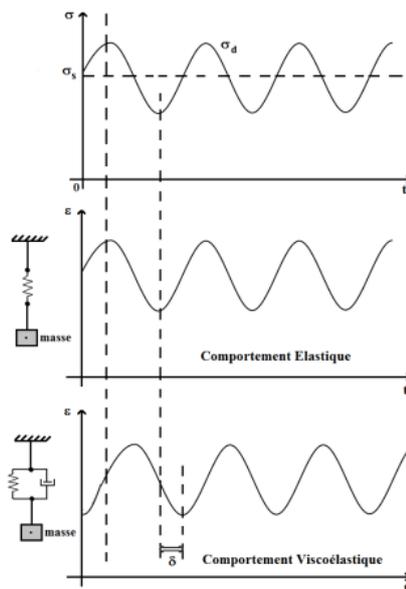


Figure 60 Illustration des réactions élastiques et viscoélastiques d'un matériau

Le module de conservation  $E'$  représente la rigidité et la composante élastique du matériau. Il exprime la capacité du corps à stocker l'énergie mécanique de la sollicitation et à la restituer

intégralement sous forme de déformation élastique (notion de réversibilité). Si le matériau se comporte comme un solide élastique, les modules  $E'$  et  $E$  sont équivalents. Il est obtenu en fonction de la raideur et de la géométrie de l'échantillon :

$$E' = K F_c \frac{H}{S_e} \cos(\delta)$$

Avec  $E'$  en MPa et  $K$  la raideur en N/mm,  $F_c$  agit comme un coefficient correctif déterminé par la géométrie de l'échantillon. Les aspects géométriques se réfèrent à la hauteur de l'échantillon  $H$  en mm et à la surface excitée de l'échantillon  $S_e$  en mm<sup>2</sup>. Enfin,  $\delta$  est l'angle de perte exprimé en degrés.

Le module de perte  $E''$  représente la composante visqueuse du matériau. La viscosité traduit sa capacité à dissiper l'énergie mécanique (irréversiblement perdue sous forme de chaleur). Ce phénomène est associé à la friction des chaînes de molécules et à leur écoulement.

$$E'' = K F_c \frac{H}{S_e} \sin(\delta)$$

Le facteur d'amortissement ou de perte  $\tan \delta$  est alors facilement obtenu par la relation suivante :

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

### II.2.2.2. Principe de superposition temps température

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent à la fois de la durée de sollicitation et de la température. Leaderman [153] a été le précurseur à suggérer l'existence d'une équivalence entre le temps de sollicitation et la température dans un matériau viscoélastique. Il a remarqué que le comportement d'un tel matériau à température élevée et pour des durées de sollicitation courtes est similaire à celui du même matériau à basse température, mais pour des durées de sollicitation plus longues. Ce principe, nommé équivalence temps-température ou superposition temps-température, démontre que les mouvements moléculaires contribuant à la transition sont libres aux basses fréquences et températures élevées où le comportement visqueux prédomine, tandis qu'ils sont figés aux fréquences élevées et aux basses températures, les chaînes moléculaires ne disposent plus du temps nécessaire pour se relaxer correctement engendrant ainsi une augmentation du module. Cette interrelation entre la température et la fréquence de sollicitation dénote une dépendance étroite entre ces deux paramètres dans les caractéristiques viscoélastiques des matériaux étudiés, la fréquence de sollicitation exerce des effets inverses comparativement à ceux de la température.

Le principe de superposition Temps-Température énonce donc que les phénomènes qui se produisent sur le long terme à une température  $T_1$  devraient se dérouler de manière accélérée à une température  $T_2$ , pour autant que  $T_2 > T_1$ .

$$E'(t, T_1) = E'\left(\frac{t}{a_T}, T_2\right)$$

Dans la précédente équation  $a_T$  représente un coefficient de glissement entre les deux températures appelé shift factor. Ce coefficient de glissement joue un rôle crucial en dans la théorie du principe de superposition temps température. En sélectionnant une température de référence  $T_0$ , toutes les

courbes obtenues à des températures inférieures à  $T_0$  seront décalées vers la droite tandis que celles obtenues à des températures supérieures seront translatées vers la gauche, s'alignant ainsi avec la courbe de référence. Ce processus de décalage, décrit sur la Figure 61, permet de réunir ou de connecter les différents isothermes en une seule courbe, appelée courbe maîtresse. L'utilisation du principe de superposition temps-température offre l'avantage d'étendre l'évaluation des modules du matériau sur une plage de fréquences plus large que celle utilisée lors des essais DMA. En explorant des balayages de fréquence entre 1 Hz et 200 Hz, on peut obtenir des informations sur l'évolution des modules de conservation entre  $10^{-2}$  Hz et  $10^3$  à  $10^4$  Hz, ce qui est considérable pour appréhender la sensibilité des matériaux aux hautes fréquences, et d'en déduire des informations cruciales sur l'influence de la vitesse de déformation équivalente élastique sur ces polymères.

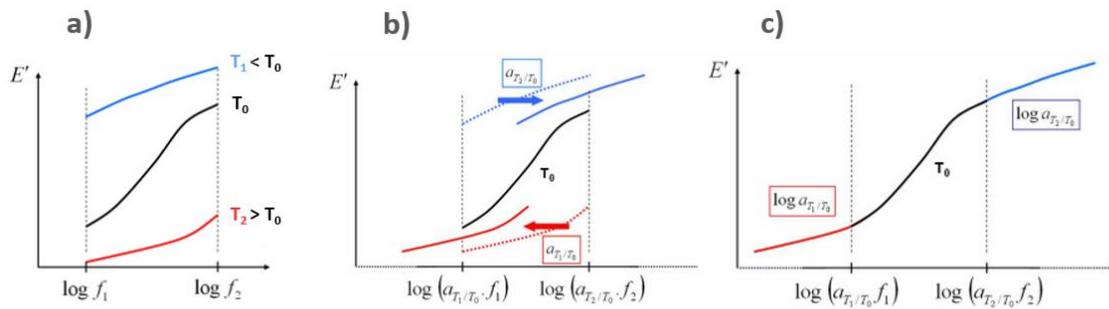


Figure 61 Représentation de l'utilisation du principe de superposition temps température, (a) courbes initiales, (b) application du facteur de glissement et (c) courbe maîtresse finale [154]

Différentes lois existent pour exprimer cette corrélation entre le temps et la température. De manière fréquente, deux lois sont distinguées : la loi d'Arrhénus et la loi établie par Williams-Landel-Ferry (WLF) [155]. La loi d'Arrhénus, peut être formulée de la manière suivante :

$$\log a_{T,T_0} = \frac{\Delta H_a}{R} \left( \frac{1}{T_0} - \frac{1}{T} \right)$$

Où  $\Delta H_a$  est l'énergie d'activation exprimée en  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , R est la constante des gaz parfaits ( $8,3143 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) et  $T_0$  est la température de référence.

L'autre loi couramment utilisée pour représenter la relation qui existe entre le temps et la température est l'équation WLF :

$$\log a_{T,T_0} = - \frac{C_1^0 (T - T_0)}{C_2^0 + T - T_0}$$

Il est souvent préférable de choisir la température de référence comme la température de transition vitreuse, ce qui modifie alors l'équation en :

$$\log a_{T,T_g} = - \frac{C_1 (T - T_g)}{C_2 + T - T_g}$$

Où  $C_1$  et  $C_2$  sont deux constantes qui dépendent de la nature du polymère. William, Landel et Ferry ont observé que les constantes  $C_1$  et  $C_2$  présentent peu de variations en fonction de la nature du polymère, avec des valeurs moyennes d'environ  $17,4 \text{ K}^{-1}$  et  $51,6 \text{ K}$  respectivement. Cependant, des expériences plus récentes ont remis en question l'universalité de ces constantes. Il semblerait que

$C_1$  reste relativement stable, tandis que  $C_2$  affiche des variations significatives selon le type de polymère étudié [156].

De plus, les lois d'Arrhénius et WLF sont réputées applicables dans une plage de température restreinte et bien spécifique [156] :

- Pour  $T < T_g$ , le matériau est en phase vitreuse, où la loi de type Arrhénius est employée.
- Si  $T_g < T < T_g + 100K$ , la loi WLF est préconisée.
- Enfin, pour  $T > T_g + 100K$ , la loi d'Arrhénius est employée à nouveau.

Nos analyses, basées sur le Principe de superposition temps-température, se focaliseront autour de la température de transition vitreuse. Cette approche implique que la loi WLF se révèle la plus adéquate pour nos études.

## II.2.3. Le Polyamide 11 (PA11)

### II.2.3.1. Formulation du PA11

En 1935 le polyamide 11, aussi appelé Rilsan 11 ou Nylon 11, a été synthétisé pour la première fois par Carothers. Mais c'est en 1938 et en France que J. Zeltner a eu l'idée novatrice de créer l'acide amino-11-undécanoïque, un monomère du polyamide 11 à partir de l'huile de ricin. L'huile de ricin est une matière première issue de ressources renouvelables et non toxique, c'est pour cette raison que le polyamide 11 est souvent qualifié de biosourcé bien qu'il ne soit pas entièrement biodégradable. Le monomère est produit à partir de l'acide ricinoléique, constituant principal à hauteur de 85 %, par le biais d'une série de réactions successives comme illustré dans le schéma réactionnel en Figure 62.

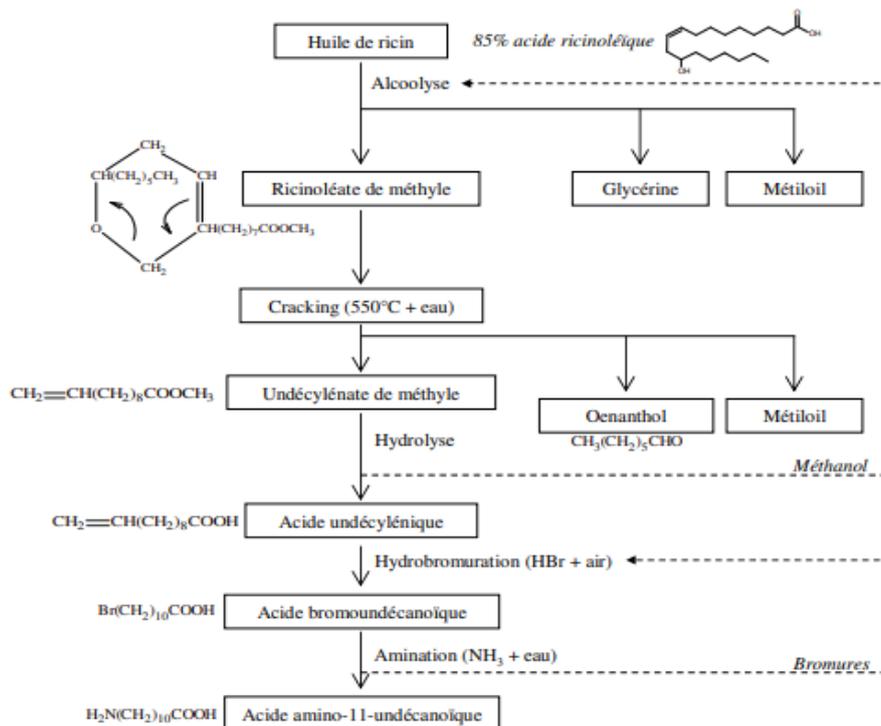


Figure 62 : Diagramme réactionnel de la synthèse de l'acide amino-11-undécanoïque [64]

Le PA11 polymérisé est alors le résultat de l'auto condensation sous azote de l'acide amino-11-undécanoïque à une température se situant entre 250°C et 280°C (Figure 63).

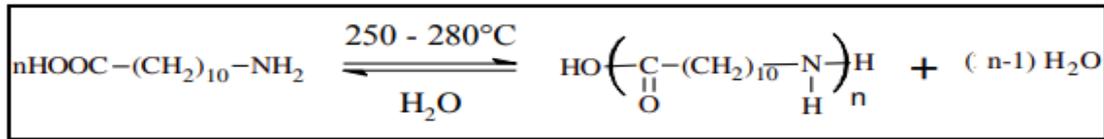


Figure 63 : Réaction de polycondensation du PA11 [63]

La formule chimique du PA11 est donc  $[-\text{C}=\text{O}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-]$

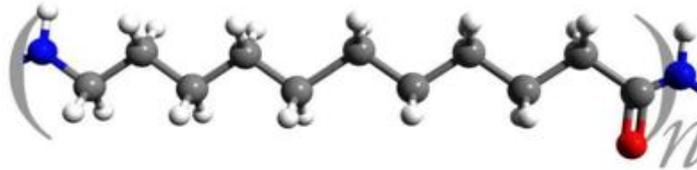


Figure 64 : Représentation du motif de répétition du polyamide 11 [64]

### II.2.3.2. Propriétés mécaniques du PA11

Le polyamide 11, thermoplastique semi-cristallin, est produit et distribué par la société ARKEMA sous forme de films extrudés, de granulés ou de poudre, il est reconnu pour ses excellentes propriétés mécaniques avec un module d'Young se situant généralement autour de 1,1 à 1,5 GPa. Ce polymère présente une grande ductilité offrant une déformation à la rupture considérable qui va souvent au-delà de 50%. En termes de contrainte maximale, le PA11 démontre une résistance souvent élevée atteignant jusqu'à 40 à 60 Mpa.

Propriété	Unité	Polyamide 11 poudres	Polyamide 11 films
Contrainte à la rupture en traction	MPa	40	61
Module d'Young en traction	GPa	1,2	1,1
Allongement à la rupture	%	20 à 200	>200
Densité	g/cm <sup>3</sup>	1,2	1.02

Figure 65 : Caractéristiques du Polyamide 11 (source ARKEMA)

Destaing et al [65] ont caractérisé le PA11 à partir d'éprouvettes de type haltère avec une longueur de jauge de 70 mm, une largeur de 10 mm et chargées à une vitesse de déplacement de 1 mm/min à 20°C et 60% HR. Les courbes de contrainte-déformation affichent des comportements distincts en fonction de la nature du matériau initial (Figure 66), reflétant ainsi les propriétés répertoriées dans le tableau ci-dessus fourni par ARKEMA. La courbe de réponse du PA11 obtenue à partir des films présente une forme typique d'un polymère thermoplastique semi-cristallin avec module élastique estimé à environ 1,5 GPa, une contrainte seuil à 41 MPa et une déformation ultime d'environ 225%. Par contre, le matériau obtenu à partir de poudre est beaucoup moins déformable avec une déformation maximale de seulement 25%, la résistance est d'environ 50 MPa et le module d'Young est identique à celui du PA11 fabriqué à partir de films (1,5 GPa).

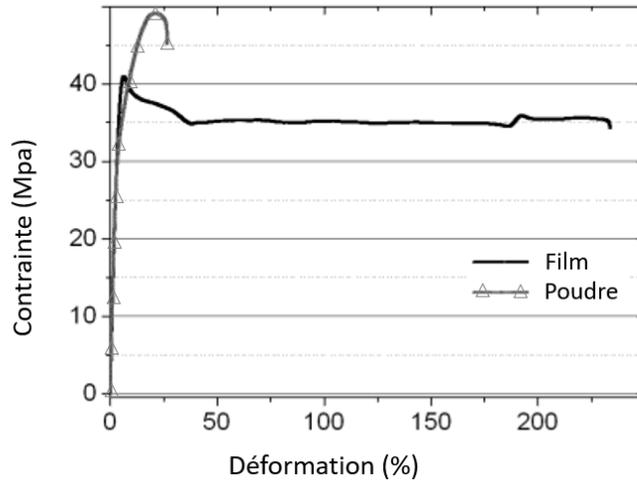


Figure 66 : Courbe du PA11 en traction à base de films extrudés ou de poudre [65]

Gourier et al. [46] ont aussi analysé les propriétés en traction à 1mm/min du PA11 en utilisant des éprouvettes injectées du fait des défis liés à la caractérisation d'un film de 150  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, en effet l'importante pression lors du processus d'injection limite la présence de défauts sur les échantillons, imperfections qui peuvent exister sur les films produits par extrusion. Le comportement est là encore caractéristique d'un polymère thermoplastique semi-cristallin (Figure 67): une phase initiale de déformation élastique qui précède un seuil de plasticité, suivi par l'apparition d'un phénomène de striction (a) accompagné d'une diminution de la contrainte. Cette striction se propage (b) alors jusqu'à la rupture, marquée par une augmentation relativement modérée de la contrainte. Le module d'Young a été évalué à 1144 MPa, la contrainte seuil à 43.6 MPa, la contrainte maximale à 45.9 MPa et l'allongement à la rupture à 283%.

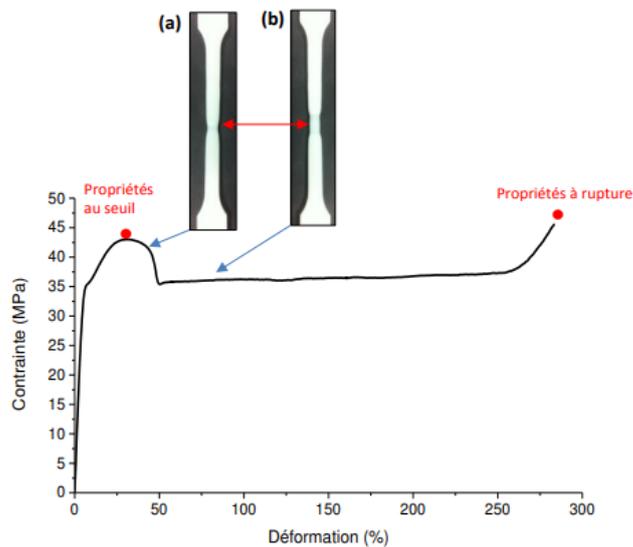


Figure 67 : Courbe du PA11 en traction avec illustration du phénomène de striction [46]

### II.2.3.3. Sensibilité à la température du PA11

Haddou et al [66] ont réalisé une analyse thermogravimétrique (ATG) du PA11 afin de suivre l'évolution de sa masse en fonction de la température, sous azote et sous air (Figure 68). Vers les

100°C une légère diminution de la masse est constatée liée à l'évaporation de l'eau présente, le PA 11 a une faible affinité pour l'eau n'absorbant qu'une petite quantité de l'ordre du pourcent [64]. Sous air, la dégradation du PA11 est caractérisée par deux phases distinctes. La première, qui correspond à la dégradation principale, intervient entre 350°C et 500°C suivie d'une seconde phase entre 500°C et 600°C. Sous azote, le PA 11 subit une dégradation complète dans une plage de températures allant de 370°C à 520°C.

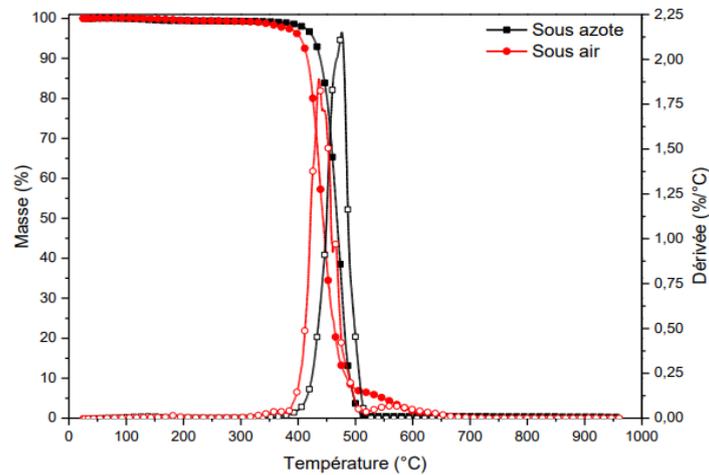


Figure 68 : Courbes ATG et DTG sous air et azote du PA11 [66]

Haddou et al. [66] ont également évalué les températures de transition thermique du polyamide 11 en utilisant un dispositif d'analyse calorimétrique diatherme active (Figure 69). Les échantillons ont été caractérisés de 0°C à 250°C à une vitesse de 10°C/min sous un flux d'hélium. Un saut de capacité calorifique à 38°C puis un pic autour de 46°C associé à la transition vitreuse du polymère ont été mis en évidence lors du premier balayage. Celui-ci débute par un saut de capacité calorifique à 38°C puis par un pic autour de 46°C associé à la transition vitreuse du polymère. Le second pic endothermique dont le maximum se situe à 189°C correspond à la température de fusion du thermoplastique.

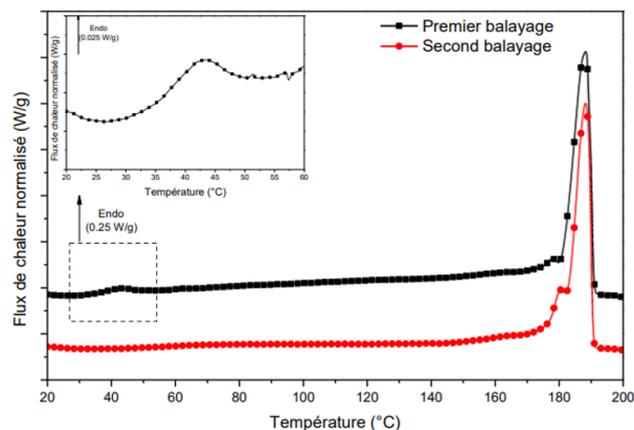


Figure 69 : Thermogrammes ACD du PA11 [66]

Les valeurs obtenues par Haddou et al. [66] sont en accord avec les travaux de Guérin et al. [67] sur les propriétés thermiques de différents polyamides, ces propriétés étant rassemblées dans le tableau de la Figure 70 :

	PA12	PA11	PA6-10	PA6	PA6-6	PA4-6
Tf (°C)	178	187	215	215	265	295
Tg (°C)	37	46	50	50	57	80
Xc (%)	28	31	31	34	39	44
Taux H <sub>2</sub> O* (%)	0,8	1,1	1,7	3,0	2,8	4,0

Figure 70 : Propriétés thermiques de différents polyamides [67]

#### II.2.3.4. Sensibilité à la vitesse de déformation du PA11

L'influence de la vitesse de déformation sur les polyamides est significative, influençant directement leurs propriétés mécaniques. À des vitesses de déformation plus élevées, les polyamides montrent généralement une rigidité et une résistance accrues. Cela peut se traduire par une augmentation plus ou moins sensible du module d'élasticité, de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale du matériau. Toutefois, avec une augmentation de la vitesse de déformation, la déformation plastique peut diminuer, ce qui limite la capacité du matériau à se déformer avant la rupture. En conséquence, à des vitesses de déformation plus élevées, la rupture peut se produire à des contraintes plus élevées mais avec une déformation plastique moindre, ce qui peut rendre le matériau plus fragile.

Boisot et al [68] ont entrepris des essais de traction en appliquant différentes vitesses de déformation axiale entre  $0.001 \text{ s}^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$  à une température de  $0^\circ\text{C}$ . Ils ont utilisé des éprouvettes de forme haltère, ayant une épaisseur de 4 mm, une largeur de 10 mm et une longueur de la zone utile de 65 mm, découpées à partir de bandes extrudées de polyamide 11. Les résultats obtenus (Figure 71), mettent en évidence un comportement élastoviscoplastique, la vitesse de déformation influe sur la contrainte seuil du crochet. En effet, plus la vitesse de déformation est élevée, plus la valeur de cette contrainte est importante et plus la déformation à rupture tend à diminuer. Par contre, à ces niveaux de vitesses de déformation, la valeur du module d'élasticité ne semble pas évoluer.

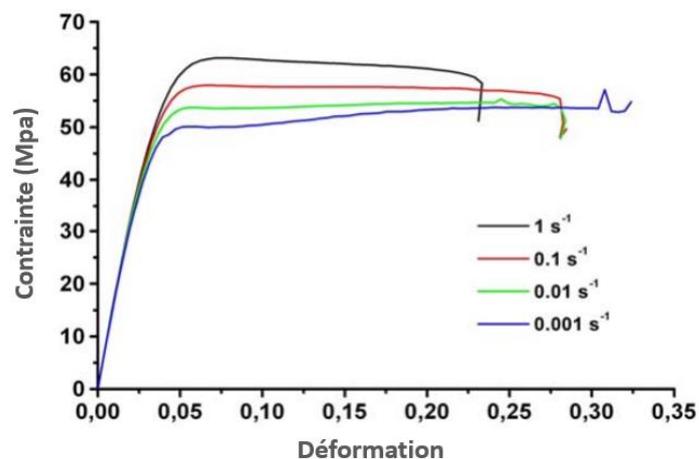


Figure 71 : Courbes contrainte-déformation en traction à  $0^\circ\text{C}$  du PA11 pour des vitesses de déformation comprises entre  $0.001\text{s}^{-1}$  et  $1\text{s}^{-1}$  [68]

Xu et al [69] ont également étudié l'influence de la vitesse de déformation sur des échantillons de polyamide 6-6 à température ambiante avec un système de caractérisation dynamique de type bar d'Hopkinson. Les sollicitations générées par le dispositif ont permis d'observer la réponse d'échantillons cylindriques d'un diamètre de 10mm avec une longueur de 5 mm dans plage de vitesse de déformation se situant entre  $0.01 \text{ s}^{-1}$  et  $3500 \text{ s}^{-1}$  (Figure 72). Là encore, pour des vitesses de déformations inférieures à  $1 \text{ s}^{-1}$ , le module d'Young reste identique alors que la limite augmente très sensiblement de l'ordre de 4 Mpa.

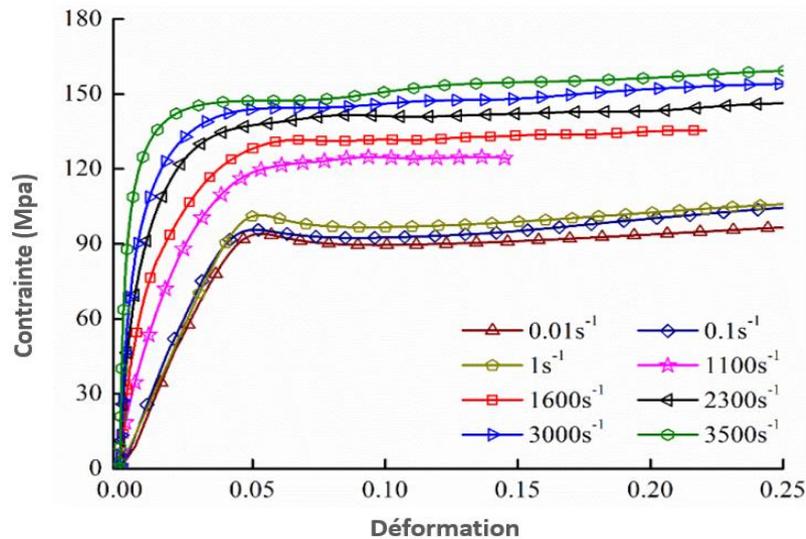


Figure 72 : Courbes contrainte-déformation en compression à température ambiante du PA6-6 pour des vitesses de déformation comprises entre  $0.01 \text{ s}^{-1}$  et  $3500 \text{ s}^{-1}$  [69]

## II.2.4. La résine ELIUM

### II.2.4.1. Formulation de l'ELIUM

La famille de résines ELIUM développée par ARKEMA incarne une avancée majeure dans le domaine des matrices organiques. Ces résines, résultats d'années de recherche et d'innovation, se distinguent par leur composition et leur processus de polymérisation novateurs qui leur permettent d'être transformée à température ambiante par des procédés jusqu'alors dédiés aux résines thermodurcissables (RESIN TRANSFER MOULDING et Infusion). Le polymère est obtenu à partir d'un mélange réactif de monomères de méthacrylate de méthyle (MMA), de chaînes de copolymères acryliques à faible viscosité (100 cPs) et éventuellement d'autres comonomères [71]. La résine, un polymère thermoplastique acrylique, est amorphe et résulte de la combinaison de la résine acrylique ELIUM avec un catalyseur à base de peroxyde (Figure 73). Ce dernier active la polymérisation de la résine à température ambiante en un délai d'environ 1h à 1h30. Ainsi, la résine est conservée sous sa forme brute et le mélange est préparé juste avant la fabrication du composite. Le produit final possède à la fois une polymérisation radicale rapide et simple similaire à celle des polyesters insaturés et une robustesse d'un polymère acrylique comme le PMMA.

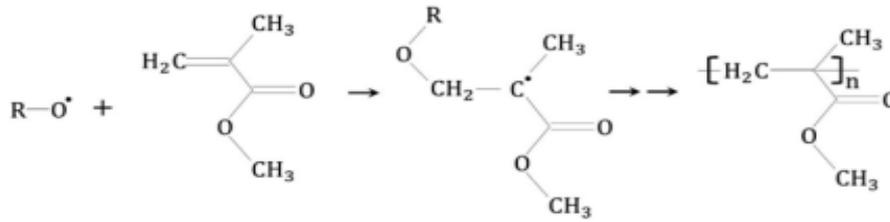


Figure 73 : Polymérisation radicalaire du monomère de méthacrylate de méthyle (MMA) en polymère de poly méthacrylate de méthyle (PMMA) avec initiateur de peroxyde [72]

#### II.2.4.2. Propriétés mécaniques de l'ELIUM

Les propriétés mécaniques de la résine ELIUM 180, telles que fournies par le fabricant, sont répertoriées dans le tableau ci-dessous :

Propriétés mécaniques	Valeur
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	1183
Viscosité à 25°C (MPa.s)	100
Densité	1.19
Coefficient de dilatation thermique (mm/m/°C)	0.065
Température de transition vitreuse (°C)	109
Module d'Young (MPa)	3 300
Résistance mécanique en traction quasi-statique (MPa)	76
Déformation maximale en traction quasi-statique (%)	6

Figure 74 : Propriétés mécaniques la résine ELIUM 180 (source ARKEMA)

Chilali et al [39] ont mené des essais de traction à l'aide d'une machine universelle de type Instron pour caractériser deux résines distinctes. Ils ont étudié la résine ELIUM 150 et une résine époxyde, la SR 8100, associée au durcisseur SD 8822 de la société SICOMIN, à température ambiante conformément à la norme ASTM D3039-76. Pour la fabrication des échantillons, le procédé de coulée de résine a été utilisé, formant ainsi des échantillons en forme haltère. Ils ont observé que l'ELIUM 150 démontre une capacité de déformation plus élevée que l'époxyde, atteignant environ 2,5 % de déformation à la rupture, alors que l'époxyde présente un comportement quasi-fragile avec une déformation à la rupture d'environ 1,12 % (Figure 75). Par ailleurs, les propriétés mécaniques des deux résines se divisent en deux zones distinctes. Dans la première phase, la contrainte augmente de manière linéaire en fonction de la déformation jusqu'à atteindre un seuil défini par la limite d'élasticité, évaluée à environ 8 MPa pour l'ELIUM 150 et 12 MPa pour l'époxyde. La seconde zone qui représente une grande partie du comportement global des deux résines correspond à la zone non linéaire de plasticité jusqu'à la rupture. La résine époxyde est plus rigide et présente une résistance plus élevée en comparaison de la résine ELIUM 150, en effet les modules d'élasticités en traction et la contrainte à la rupture sont respectivement de 3620 MPa et 38.9 MPa pour l'époxyde et de 2900 Mpa et 33,5 Mpa pour l'ELIUM.

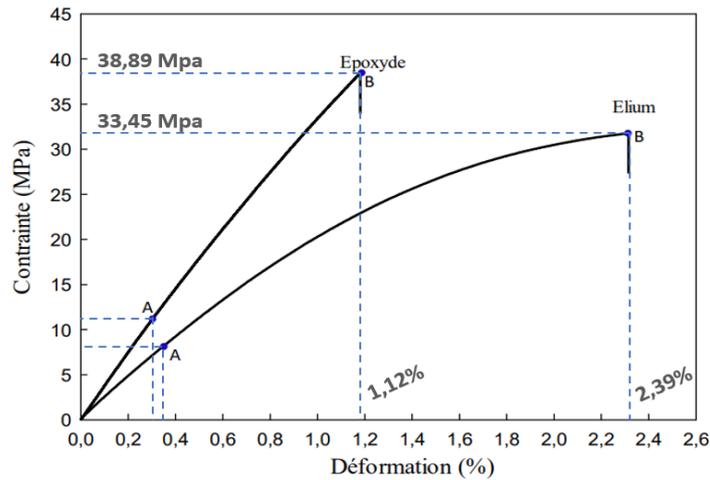
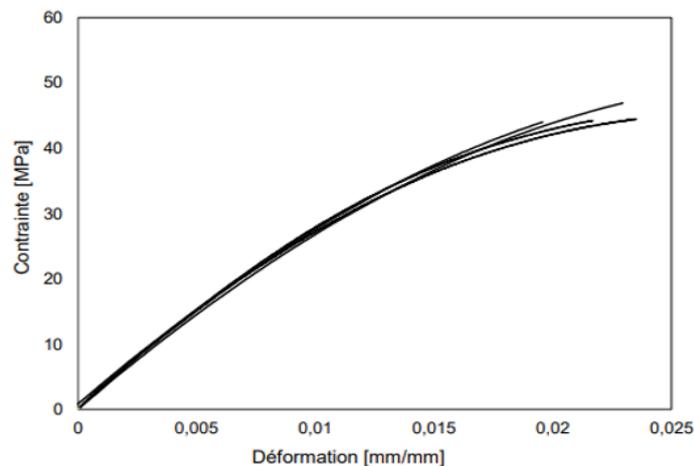


Figure 75 : Courbes contrainte-déformation à température ambiante des résines ELIUM 150 et SR 8100 [39]

Monti et al. [73] ont trouvé des propriétés mécaniques très proches lors des essais de traction menés conformément à la norme ISO 527-2. Les tests ont été effectués à une vitesse de 1 mm/min sur des éprouvettes en forme d'haltère, avec une longueur utile de 60 mm, une largeur de 10 mm et une épaisseur de 2 mm. Les courbes de comportements sont présentées en Figure 76. Le module d'élasticité observé est de 3300 MPa, la contrainte maximale de 44 MPa, la déformation à la rupture de 2,03% et un coefficient de poisson de 0,4. Ils ont remarqué que les propriétés de la résine ELIUM 180 se rapprochaient des spécifications du fabricant sauf celles liées à la rupture qui étaient nettement moindres. Cette disparité pourrait être attribuée au processus de préparation des échantillons et à l'absence de post-traitement. Étant une résine très réactive avec un retrait significatif, la fabrication de plaques coulées s'avère complexe et exige un environnement hermétique pour prévenir l'évaporation du monomère, très volatil. De plus, une part de la variabilité des résultats concernant la rupture pourrait être due à la présence de microbulles et de pores dans les échantillons, ainsi qu'à d'éventuelles imperfections géométriques issues du processus de coulée.



Grandeur	$\rho$	$E$	$\nu$	$G$	$\sigma_R$	$\epsilon_R$
Unité	( $kg.m^{-3}$ )	(GPa)	(-)	(MPa)	MPa	%
Moyenne	1290	3.30	0.40	1.17	44	2.03
Ecart type	30	0.32	0.03	0.13	4	0.38

Figure 76 : Courbes contrainte-déformation en traction à température ambiante de la résine ELIUM 180 et résultats associés [73]

### II.2.4.3. Sensibilité à la température de l'ELIUM

Pini et al [74] ont étudié la température de transition vitreuse de deux types de résines ELIUM à l'aide d'une analyse de type DMA (Dynamic Mechanical Analysis) menée à une fréquence de 1 Hz dans une plage de température allant de -50 °C à 150 °C, avec un taux de montée en température de 10 °C/min. La première résine correspond à la composition de base de la résine ELIUM, tandis que la seconde, commercialisée sous le nom d'ELIUM Impact, présente une composition renforcée à l'aide d'ajout d'élastomère. Les échantillons ont été préparés à température ambiante, puis laissés polymériser pendant 24 heures à cette température. Ensuite, un traitement thermique d'une heure à 80 °C suivi d'une heure à 120 °C a été appliqué pour finaliser la polymérisation. Les résultats (Figure 77), ont montré des températures de transition vitreuse très similaires entre les deux résines : 127 °C pour ELIUM et 130 °C pour ELIUM Impact.

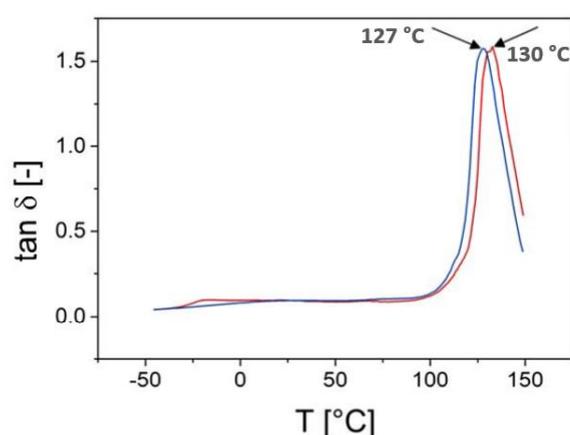


Figure 77 : Courbes Tan  $\delta$ -température pour les résines ELIUM® (bleue) and ELIUM Impact® (rouge) [74]

Fredi et al [75] ont réalisé une analyse thermogravimétrique (ATG) à une vitesse de 10°C/min de la résine ELIUM 150 pure et avec ajout de microcapsule de paraffine (20, 30 et 40 % en poids du poids total des mélanges) afin de suivre l'évolution de la masse des différents échantillons en fonction de la température (Figure 78). Il apparaît alors clairement que l'éprouvette d'ELIUM pur (EL) se dégrade principalement à environ 415°C. Des mesures intermédiaires ont permis d'identifier les températures correspondant à 1%, 3% et 5% de perte de masse dont les valeurs sont respectivement de 220 °C, 280 °C et 300 °C.

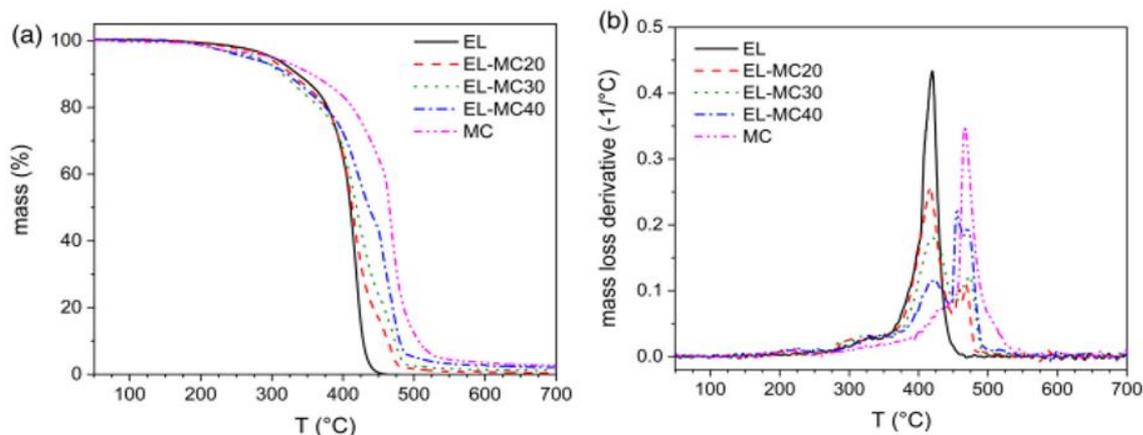


Figure 78 : Courbes ATG a) et DTG b) sous air de l'ELIUM® pure et avec microcapsule de paraffine [75]

Afin d'évaluer la sensibilité des propriétés mécaniques de la résine acrylique ELIUM 188 face à la température, des essais de traction quasi-statiques ont été conduits par Boissin et al [76] à des températures de 15, 22 et 40°C, conformément à la norme ASTM D638-14, sur des éprouvettes haltères mesurant 4 mm d'épaisseur et 74 mm de longueur utile. Ces essais, ponctués de cycles de charges et de décharges, ont été entrepris pour mettre en évidence d'éventuels comportements non linéaires. Comparativement aux valeurs relevées à 15°C, une baisse de 24% de la contrainte maximale et de 17% du module d'Young a été constatée à 40°C. Ceci s'accompagne d'une augmentation de 102% de la déformation à la rupture. Par ailleurs, le module d'élasticité mesuré à 22°C correspond aux indications précisées dans les spécifications du fabricant, soit 3300 MPa.

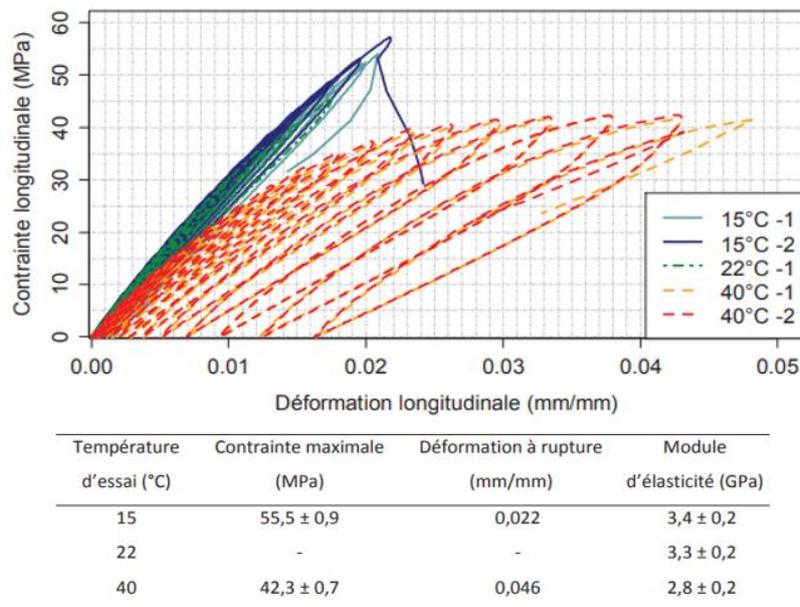


Figure 79 : Courbes contrainte-déformation en traction de la résine ELIUM 180 avec des cycles de charges-décharges à 15, 22 et 40°C et résultats associés [76]

#### II.2.4.4. Sensibilité à la vitesse de déformation de l'ELIUM

À ce jour, peu voire aucune publication n'a exploré spécifiquement la sensibilité à la vitesse de déformation de la résine ELIUM pure. Cependant, des travaux antérieurs ont étudié de manière approfondie la résine PMMA, souvent citée comme étant étroitement liée à la formulation et au comportement mécanique de la résine ELIUM [52], [77], [78]. Ces recherches ont mis en lumière la sensibilité du PMMA vis-à-vis de la vitesse de déformation [79], [80], [81] fournissant ainsi une base de référence cruciale pour comprendre et analyser la sensibilité de la résine ELIUM® à ce même paramètre. En examinant la réponse du PMMA à différentes vitesses de déformation, ce paragraphe offre ainsi des indications préliminaires pour orienter l'étude de la résine ELIUM® sur ce point précis.

Wu et al [82] ont entrepris des expériences de traction sur le PMMA en explorant des vitesses de déformation intermédiaires comprises entre  $0,292 \text{ s}^{-1}$  et  $18,6 \text{ s}^{-1}$  en utilisant un dispositif d'essai dynamique qu'ils ont développé. Pour comparaisons, des expériences sous chargement quasi-statique avec des vitesses de déformation variant entre  $2,31 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  ont été réalisées sur un système d'essai servo-hydraulique. Des différences significatives ont été observées dans les

courbes contrainte-déformation pour des vitesses de déformation de  $2,31 \cdot 10^{-5}$  et  $2,38 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , montrant un caractère plus ductile, comme illustré dans la Figure 80. Cependant, lorsque les vitesses de déformation atteignent  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , les courbes prennent une forme typique de comportement viscoélastique fragile avec une transition plus prononcée à mesure que la vitesse de déformation augmente. Les propriétés mécaniques du PMMA révèlent une nette dépendance vis-à-vis de la vitesse de déformation comme indiqué sur la Figure 81.

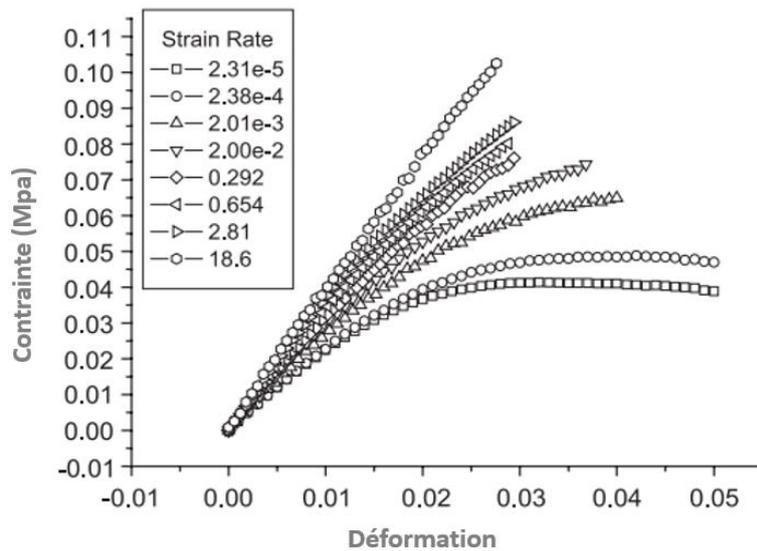


Figure 80 : Courbes contrainte-déformation du PMMA pour des vitesses de déformation comprises entre  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $19 \text{ s}^{-1}$  [82]

Comme on peut le constater sur les courbes de Figure 81, la contrainte maximale et le module d'Young augmentent avec l'accroissement de la vitesse de déformation, tandis que la déformation à la rupture diminue, conformément au comportement habituel des thermoplastiques. Notamment, le module d'Young évolue de 2600 MPa à 4500 MPa, la contrainte maximale passe de 42 MPa à 103 MPa, et la déformation maximale diminue de 4,8 % à 2,7 %.

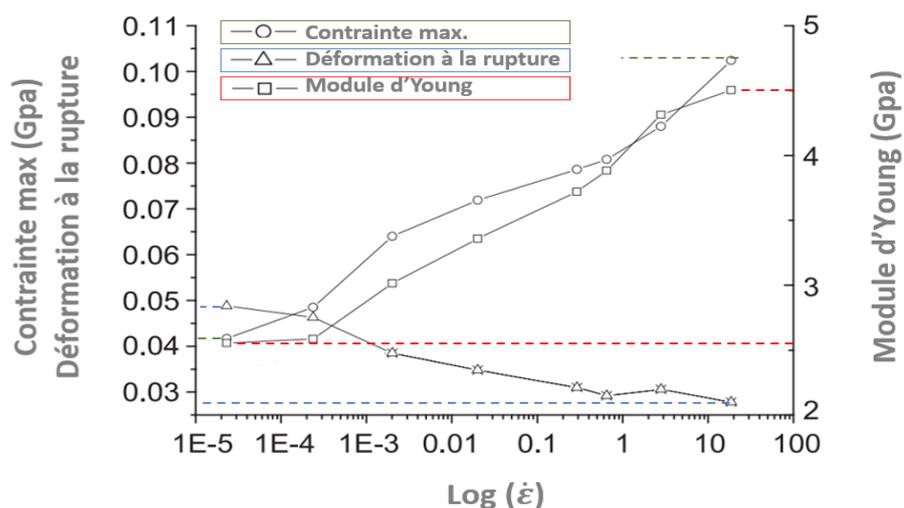


Figure 81 : Évolutions du module d'Young, de la contrainte maximale et de la déformation à la rupture du PMMA en fonction de la vitesse de déformation [82]

Chen et al [81] ont également réalisé des expériences pour caractériser la traction du PMMA à la fois en conditions quasi-statiques sur une machine conventionnelle, et dynamiques en utilisant un dispositif spécifique basé sur une adaptation de la barre d'Hopkinson capable de solliciter les échantillons de PMMA. La représentation graphique dans la Figure 82 synthétise les relations contrainte-déformation observées lors de ces essais de traction du PMMA, s'étendant sur une plage de taux de déformation allant de  $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $6,8 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ . Sous chargement dynamique, la résistance maximale à la traction du matériau est nettement accrue par rapport à celle en charge quasi-statique, enregistrant respectivement 70 MPa et 55 MPa. L'analyse des courbes révèle que les échantillons ont adopté un comportement ductile lors des essais quasi-statiques, tandis qu'une fracture fragile a été observée sous chargement dynamique en traction. Bien que les valeurs exactes des modules d'Young n'aient pas été explicitement déterminées, une tendance à l'augmentation du module d'élasticité est perceptible avec l'accroissement de la vitesse de déformation. Cette augmentation demeure relativement modérée entre les vitesses de  $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $1 \text{ s}^{-1}$ , mais elle s'avère considérable pour les essais menés à  $5,6 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$  et  $6,8 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ .

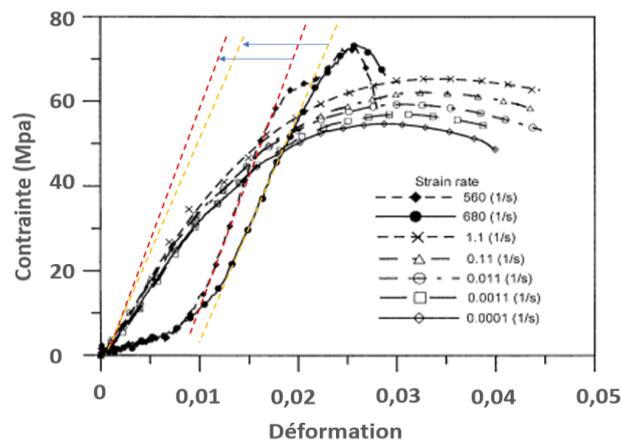


Figure 82 : Courbes contrainte-déformation du PMMA pour des vitesses de déformation comprises entre  $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $680 \text{ s}^{-1}$  [81]

## II.3. Matériaux composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques

### II.3.1. Méthode de mises en œuvre des composites à fibres naturelles

Les composites à base de fibres naturelles et de résines thermoplastiques émergent comme une alternative prometteuse aux matériaux traditionnels, offrant à la fois durabilité, légèreté et une empreinte environnementale réduite. Cependant, l'utilisation de fibres naturelles dans ces composites pose des défis spécifiques, notamment en ce qui concerne leur sensibilité aux dégradations thermiques. Ces dégradations, liées aux températures élevées souvent rencontrées lors des processus de fabrication, peuvent altérer les propriétés des fibres, affectant ainsi la qualité globale du matériau composite. Pour surmonter ces contraintes, diverses méthodes de mise en œuvre ont été développées, visant à préserver les caractéristiques intrinsèques des fibres naturelles tout en optimisant les performances du composite. Les méthodes de mise en œuvre des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques se concentrent principalement sur deux procédés :

- **La thermocompression.** La thermocompression est la technique la plus efficace pour atteindre un taux de fibres élevé avec une bonne imprégnation [80, 81]. Un élément crucial

dans le processus de thermocompression réside dans le choix judicieux de la résine thermoplastique, où la température de fusion doit être soigneusement sélectionnée pour éviter toute dégradation des fibres. Il est à noter que peu de polymères thermoplastiques de hautes performances présentent une température de fusion inférieure à 200°C. Par exemple, le polyamide 11 offre une température de fusion de 185°C, ce qui s'avère compatible avec nos travaux.

- **L'infusion.** La résine ELIUM permettant une infusion à température ambiante se révèle également être un choix prometteur pour la réalisation des plaques de composites, préservant ainsi l'intégrité des fibres sans les altérer.

### II.3.1.1. Mise en œuvre par thermocompression

La mise en œuvre par thermocompression (Figure 83) est une méthode consistant à créer un empilement alterné de films polymères extrudés et de couches de préformes, qu'elles soient unidirectionnelles ou sous forme de tissus. L'assemblage obtenu est alors placé dans un moule, où la température est soigneusement régulée pour atteindre le point de fusion de la matrice polymère. La pression est également appliquée de manière contrôlée pour assurer un contact optimal entre les fibres et la matrice, facilitant ainsi une bonne imprégnation afin de former un composite de qualité. Une fois la fusion achevée, le moule est refroidi pour solidifier le composite.

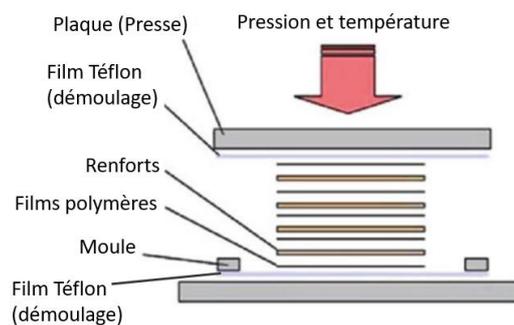


Figure 83 : Représentation d'un dispositif de thermocompression [85]

Les composites élaborés par thermocompression se voient donc soumis à une triple influence de paramètres cruciaux : la pression, la durée de maintien et la température de fabrication. L'optimisation de ces composites résulte étroitement de l'adoption de valeurs appropriées pour ces trois paramètres clés. À cela s'ajoute la considération de la température de fusion élevée des polymères thermoplastiques, exigeant ainsi un maintien en température de courte durée pour éviter toute altération des fibres naturelles. Cette démarche d'optimisation apparaît donc comme une nécessité pour garantir des composites performants et préservant l'intégrité des fibres dans leurs applications futures.

Les travaux de Destaing [86] ont apporté des éléments cruciaux pour évaluer les seuils d'exposition aux températures élevées sans compromettre les performances des fibres de lin. Ces études révèlent des données significatives : les fibres de lin peuvent résister à une exposition à 200°C pendant une durée de 5 minutes, voire à une température de 160°C pendant 30 minutes, sans altération notable de leurs propriétés. Ces résultats ouvrent des perspectives importantes quant à l'utilisation et la manipulation de ces fibres dans divers contextes sans compromettre leur intégrité structurelle.

Les recherches menées par Lebaupin et al [88] ont approfondi l'optimisation des paramètres pour la fabrication de composites Lin/PA11 via le procédé de thermocompression. Leur étude a examiné deux types de renforts unidirectionnels (UD) de lin ainsi que du PA11 sous forme de poudre et de film. La distinction entre les deux UD de lin est liée à leur géométrie : le Lin A présente de légers espaces entre les torons de fibres, tandis que le Lin B présente des brins de fibres serrés les uns contre les autres. Ces investigations ont permis de déterminer les constituants optimaux et de cerner les paramètres de fabrication offrant les meilleures propriétés mécaniques en traction, paramètres représentés sur le diagramme de la Figure 84. Les résultats ont démontré que les propriétés mécaniques optimales sont obtenues avec un composite Lin B/Polyamide 11 sous forme de film, fabriqué à 210°C sous une pression étagée de 25 pendant 2 minutes, 40 pendant 2 minutes et 65 bars jusqu'à la fin du refroidissement.

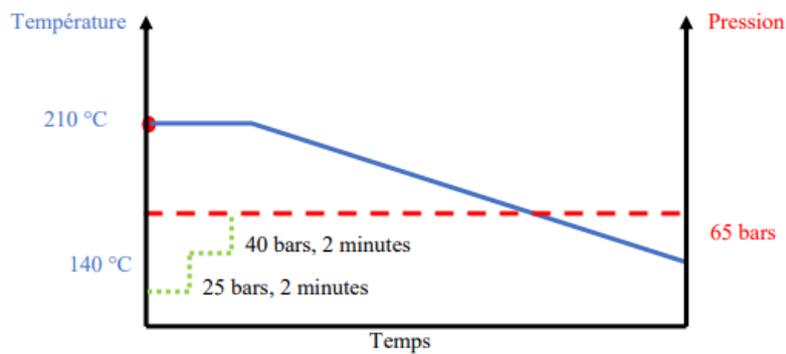


Figure 84: Diagramme de mise en œuvre pour l'optimisation des constituants d'un composite Lin/PA11 [88]

En analysant plus finement les résultats proposés par Lebaupin et al. [88] on peut s'apercevoir, sur la Figure 85, que Les composites 7 et 10 se démarquent en termes de module d'Young, affichant tous deux des performances optimales atteignant 35 GPa. En ce qui concerne la contrainte à la rupture, la meilleure configuration est atteinte avec le composite 10, affichant une contrainte à la rupture de 174 MPa, configuration obtenue en appliquant des paliers de pression lors du processus de fabrication du composite avec le Lin B et le PA11 sous forme de film.

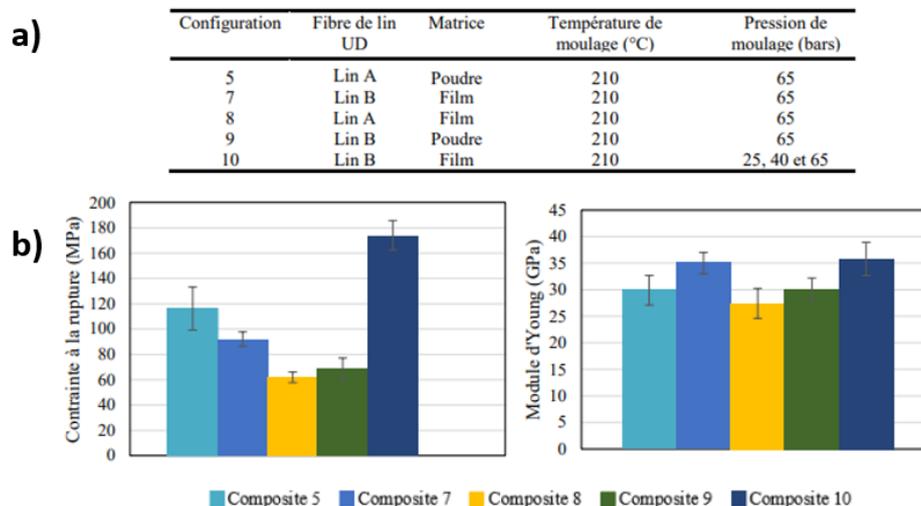


Figure 85: a) Configurations des composites pour l'optimisation des constituants, b) Contrainte à la rupture et module d'Young en traction pour les composites Lin/PA11 [88]

Dans leur étude, Wu et al. [87] se penchent sur l'incidence de la température sur les propriétés thermiques et mécaniques d'un composite à particules de Bambou et de résine PLA. Les particules de bambou ont été préparées par broyage au marteau de copeaux et tamisage Leur constat est significatif : à mesure que la température de mise en œuvre passe de 165 à 210°C, la cristallinité du composite augmente considérablement, passant de 2,2 à 21%. Cela se manifeste non seulement par une hausse de la contrainte à la rupture mais également par une augmentation du module d'élasticité (Figure 85). Les chercheurs expliquent ces observations par une amélioration de l'interaction entre les fibres et la matrice lorsque le composite est élaboré à des températures élevées.

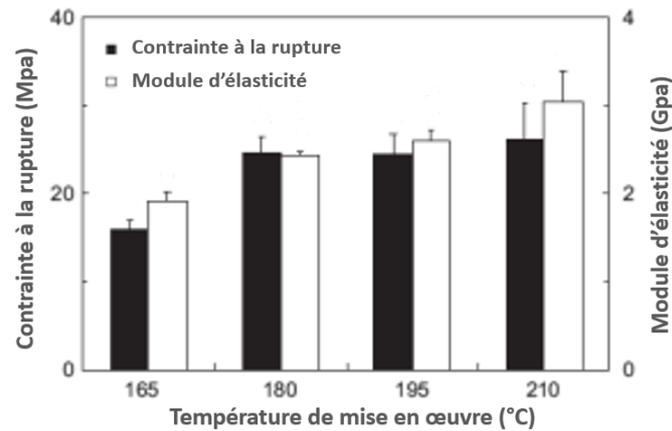


Figure 86: Évolution de la contrainte maximale et du module en traction en fonction de la température de mise en œuvre pour un composite Bambou/PLA [87]

### II.3.1.2. Mise en œuvre par infusion

La fabrication de plaques composites par infusion tire grand avantage de la faible viscosité de la résine, un élément clé pour garantir une imprégnation efficace des renforts en fibres. Le dispositif typique du procédé par infusion est décrit sur la Figure 87. L'empilement des renforts, assorti d'un tissu drainant pour accélérer l'imprégnation de la résine et d'un tissu d'arrachage facilite le décollement des couches de protection après la polymérisation, est déposé sur un outillage en verre soigneusement préparé. Ce dernier est nettoyé, ciré et parfois revêtu d'un film de téflon pour faciliter le démoulage. Ensuite, une bâche à vide est appliquée sur l'ensemble, avec des bords scellés hermétiquement à l'outillage au moyen d'un joint en mastic pour garantir une parfaite étanchéité. Cette bâche est ensuite mise sous vide grâce à une pompe dédiée. Pour garantir une imprégnation intégrale des renforts par la résine et éviter tout décompactage de la bâche au cours de l'infusion, il est impératif de maintenir une faible pression inférieure sous celle-ci, tout en contrôlant la vitesse de décompression une fois la pompe à vide arrêtée. Une fois ces conditions assurées, le flux de résine est introduit en ouvrant le tuyau d'alimentation, qui sera refermé dès que tous les renforts sont imprégnés. Dans le cas où les renforts excèdent 500 mm dans le sens de l'infusion, il existe un risque que la résine ne parvienne pas à imprégner totalement cette distance. Pour pallier cela, un second tuyau d'alimentation doit être positionné à 500 mm du premier. Lors de la création de plaques composites, le processus d'imprégnation des renforts varie selon leurs dimensions. Après la fermeture de tous les tuyaux d'alimentation il est parfois conseillé selon le type de résine d'attendre avant le démoulage afin de permettre l'achèvement total du processus de polymérisation de la résine.

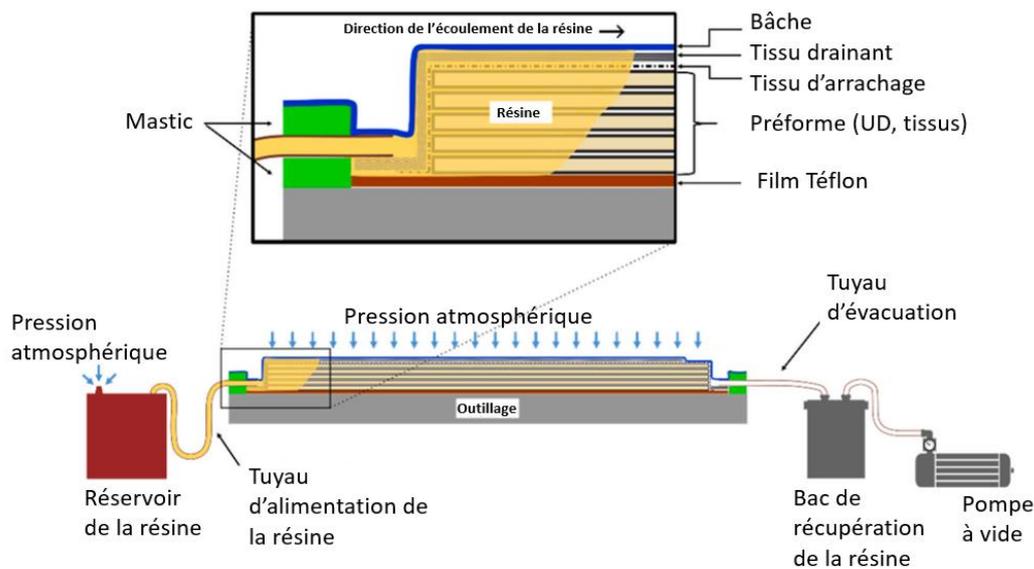


Figure 87 : Représentation du procédé d'infusion sous bâche à vide [89]

Les travaux de Chilali [39] ont permis de fabriquer deux plaques composites à base de lin, chacune mesurant 300 mm de long, utilisant le procédé d'infusion et une pression d'aspiration de 600 mbar. L'objectif principal de cette étude était de comparer deux plaques la processabilité de deux résines, l'une composée d'ELIUM et l'autre d'une résine époxyde. Les observations ont révélé une fraction volumique des fibres plus élevée pour le composite lin-Elium par rapport à celui avec la résine époxy, accompagnée d'un taux de porosité moindre. Cette différence pourrait être attribuée aux variations de viscosité entre les résines Elium et époxyde, influençant ainsi les vitesses d'infusion. Le composite lin-Elium a montré des temps d'infusion plus courts (Figure 88a) et des vitesses d'écoulement plus élevées (Figure 88a) que le composite lin-époxyde. Les résultats ont mis en lumière que les porosités apparaissent différemment selon la vitesse d'écoulement : de manière macroscopique pour des vitesses faibles et de manière microscopique pour des vitesses élevées. En conclusion, ces observations indiquent que la résine Elium s'avère être mieux adaptée au procédé d'infusion sous vide que la résine époxyde.

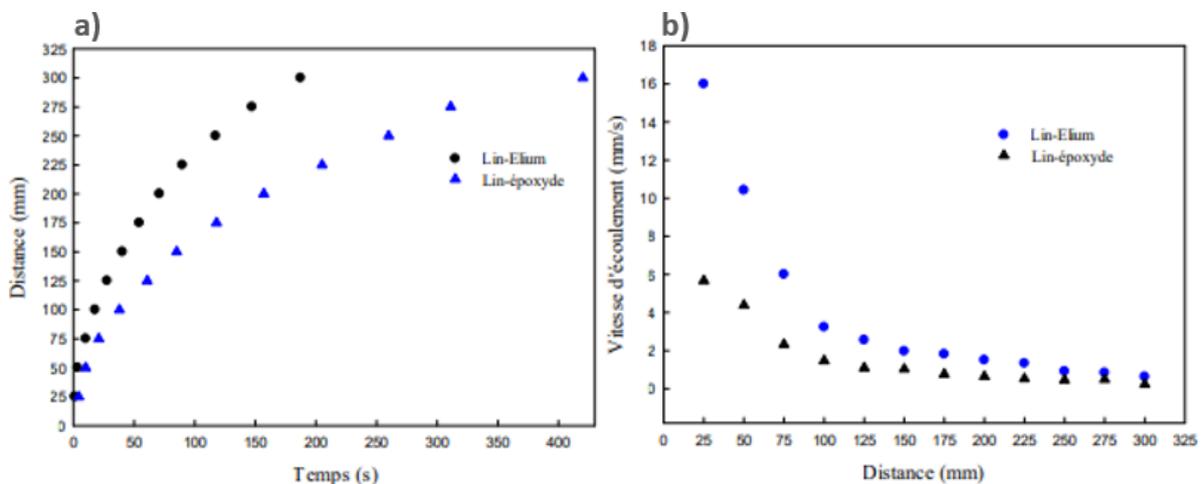


Figure 88 : Evolution des paramètres d'infusion : a) temps d'infusion et b) vitesse d'infusion [39]

### II.3.2. Comportements mécaniques des composites sous sollicitations statiques

Pour comprendre les complexités observées dans les matériaux composites soumis à des sollicitations dynamiques rapides, il est primordial d'examiner initialement leur comportement mécanique dans des conditions statiques ou quasi-statiques. Ces configurations statiques fournissent une base de référence cruciale pour évaluer l'impact des sollicitations dynamiques sur ces composites. Nous nous pencherons particulièrement sur les composites unidirectionnels, en scrutant leur réponse sous des sollicitations de traction longitudinale, en mettant l'accent sur les composites constitués de plis orientés à  $0^\circ$ . Cette configuration de drapage offre une opportunité d'étudier en détail les propriétés distinctes des fibres. De manière similaire, nous examinerons les composites composés de plis orientés à  $\pm 45^\circ$  pour explorer le phénomène de cisaillement intra laminaire. Ces deux configurations d'orientation de drapage représentent le cœur de nos investigations et servent de base pour évaluer les réponses des composites à des sollicitations dynamiques.

L'étude du comportement des matériaux composites implique l'exploration de trois échelles fondamentales : microscopique, mésoscopique et macroscopique (Figure 89). L'utilisation de ces échelles est étroitement liée aux objectifs spécifiques d'observation et de modélisation permettant ainsi une analyse approfondie et ciblée du comportement des matériaux composites. L'échelle microscopique décèle les hétérogénéités les plus infimes comme la fibre, la matrice et les éventuelles porosités. L'échelle mésoscopique, intermédiaire, considère quant à elle le pli d'une stratification comme une entité homogène, et enfin, l'échelle macroscopique appréhende la structure comme étant homogène. De plus, pour analyser le comportement d'un matériau, il est primordial de définir un volume élémentaire représentatif (V.E.R). Ce volume doit être suffisamment vaste par rapport aux hétérogénéités pour être statistiquement représentatif à l'échelle mésoscopique. En matière de composites, la détermination du V.E.R requiert une attention particulière, surtout lorsque les dimensions des constituants diffèrent considérablement, comme dans notre cas où les rubans de bambous et les fibres de lin et de basalte varient grandement en termes de géométrie. Respecter les dimensions du V.E.R est essentiel pour garantir des analyses et des essais pertinents et fiables.

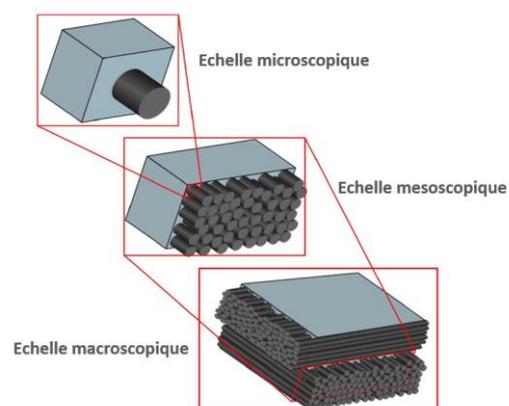


Figure 89 : Représentation graphique des échelles micro, méso et macro d'un composite UD [90]

Selon la disposition géométrique et la forme de ses composants (tissus ou unidirectionnels) le matériau composite adopte un comportement plus ou moins anisotrope. La répartition et l'orientation des renforts peuvent également influencer le développement des caractéristiques élasto-

viscoplastiques du stratifié ainsi que sur l'émergence de différents types de dommages. Le comportement d'un composite constitué de plis orientés à  $0^\circ$  et soumis à une traction le long des fibres est généralement élastique, présentant une rupture de type fragile (Figure 90a). Cependant, pour un composite formé d'un drapage symétrique avec des plis orientés à  $\pm 45^\circ$ , la réponse mécanique diffère considérablement avec une relation contrainte-déformation fortement non linéaire. Au-delà d'un seuil très bas, la courbe de contrainte-déformation présente une inflexion marquée (Figure 90b). En appliquant des déchargements au cours de l'essai, on constate un allongement permanent persistant même en l'absence de force de traction, accompagné d'une diminution graduelle de la rigidité apparente du stratifié. Dans ce contexte, le terme de plasticité ou pseudo-plasticité est utilisé pour décrire ce comportement, souvent associé à des dommages importants.

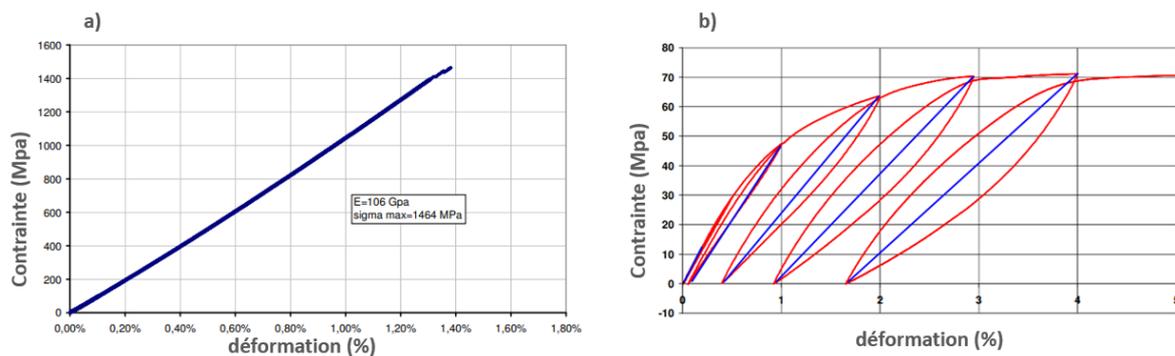


Figure 90 : Comportement statique en traction d'un composite UD Carbone/Epoxy, a) empilement à  $0^\circ$  et b) drapage à  $\pm 45^\circ$  [91]

Certains composites UD à base de fibres végétales ne présentent pas un comportement linéaire sous sollicitation en traction dans le sens longitudinal, qu'ils soient constitués de matrices therm durcissables ou thermoplastiques [92], [93]. Par exemple, dans le cas des composites UD lin/époxy, l'étude de Poilane et al. [92] a révélé l'apparition quasi-systématique d'une non-linéarité dès 0,2% de déformation comme identifié sur la Figure 92.

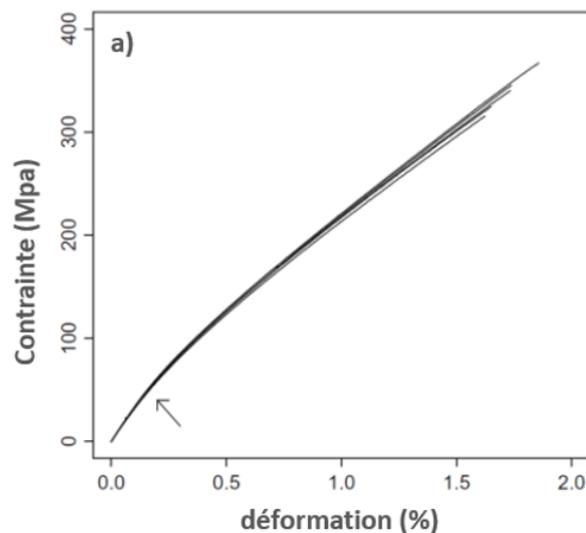


Figure 91 : Comportement statique en traction d'un composite UD Lin/Epoxy (a) [92], dérivées des courbes de traction pour des composites UD de fibres végétales (b) [94]

Les travaux de Shah [94] sur l'évolution de la rigidité des composites à fibres végétales alignées pendant des cycles de chargement monotones et cycliques mettent en lumière des comportements spécifiques pour différents types de fibres. Des laminés composés de fibres de jute (J190), de chanvre (H180) et de lin (F50 et F20) en configuration  $[0^\circ]_4$  ont été utilisés, associés à une résine polyester insaturée (Reichhold Norpol type 420-100). Les essais ont été réalisés avec une machine de test Instron 5985 de 100 kN sur des spécimens de 250 mm de long et 10 mm de large à une vitesse de de 2 mm/min. L'évolution de la rigidité normalisée  $E/E_0$  en fonction de la déformation appliquée pour les différents composites à fibres unidirectionnelles est présentée dans la Figure 92, mettant en évidence une perte de linéarité dès le début de la déformation pour les composites à base de fibres de lin, ainsi que pour des analyses similaires effectuées sur des composites à base de jute et de chanvre. Il a été observé que la variation de la rigidité dans tous les composites à fibres végétales pouvait être divisée en deux régions. Dans la première région, une réduction importante de la rigidité, de l'ordre de 30 à 50% de leur rigidité initiale, a été observée jusqu'à une déformation appliquée de 0,4%. Par la suite, la rigidité est restée relativement constante jusqu'à leur déformation à la rupture (comprise entre 1,2% et 1,7%), augmentant ou diminuant marginalement. Pour les composites à fibres végétales, ce comportement non linéaire est supposé être lié au comportement non linéaire similaire de la fibre individuelle. Il est intéressant de noter que pour les composites à fibres de verre, la dérivée de la courbe contrainte-déformation demeure quasi-linéaire et constante, illustrant ainsi un comportement en traction connu de la fibre de verre.

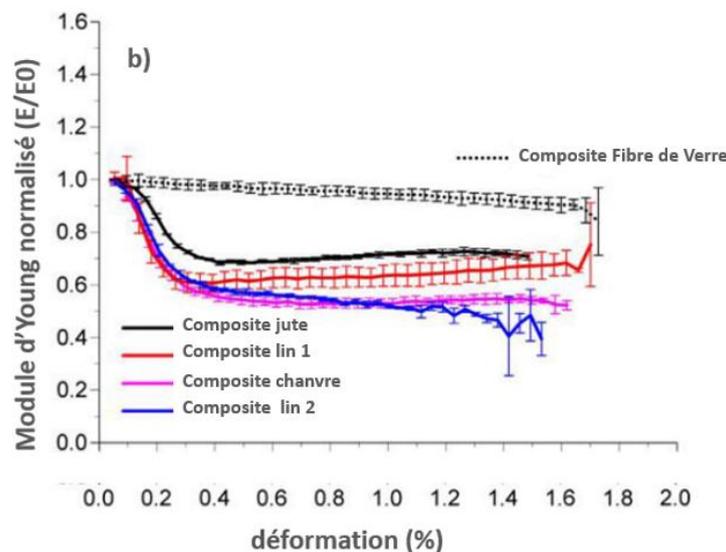


Figure 92 : Évolution de la rigidité normalisée  $E/E_0$  en fonction de la déformation en traction de composites UD à fibres végétales [94]

Lefebvre et al [43] ont entrepris la caractérisation statique de composites unidirectionnels, à base de lin et de résine ELIUM, conformément à la norme 527-4 sur une machine INSTRON, avec une vitesse de chargement de 2 mm/min. Les spécimens utilisés étaient constitués de 12 plis, alignés à  $0^\circ$  pour un groupe, et disposant d'un drapage de type  $[\pm 45]$  pour un second ensemble de tests, permettant ainsi d'explorer les propriétés en cisaillement intra laminaire. Une attention particulière a été portée sur les composites à  $0^\circ$ , soumis à des cycles de chargement/déchargement afin d'étudier les dommages dans la direction des fibres. En ce qui concerne le stratifié  $[0]_{12}$ , une pente linéaire a été observée jusqu'à 0,05%, correspondant à un module d'Young apparent de 28,8 MPa, suivi d'un

changement de comportement, nommé "genou". Ce dernier se caractérise d'abord par une légère diminution de la pente, puis par une augmentation progressive jusqu'à la rupture qui apparaît pour une contrainte maximale de 296 MPa avec une déformation correspondante mesurée à 1.71%. Les études des cycles de charge/décharge sur ce stratifié à 0° ont mis en lumière un phénomène irréversible lié au franchissement du "genou", s'apparentant au dépassement de la limite d'élasticité. Quant à la courbe contrainte-déformation du stratifié  $[\pm 45]$ , elle révèle une première pente élastique de 4,32 MPa, suivie d'une ductilité notable jusqu'à la rupture, survenant pour une déformation maximale de 19,6%.

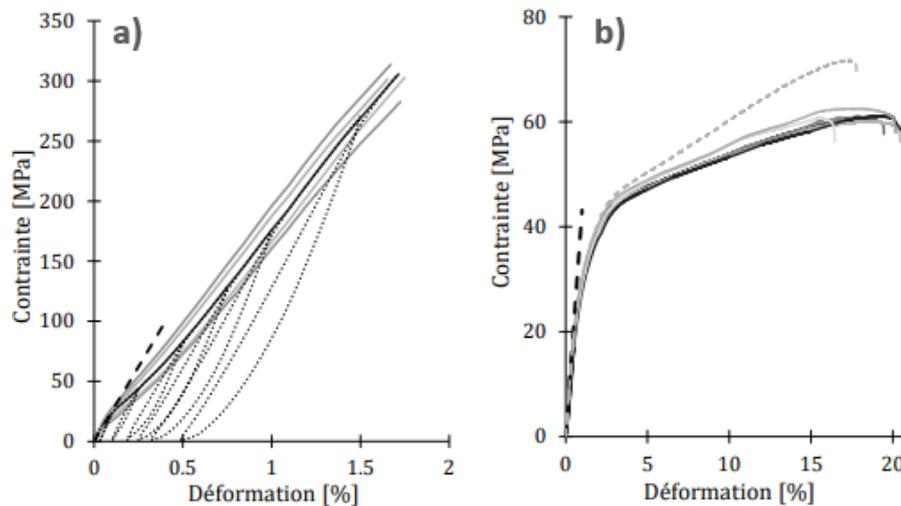


Figure 93 : Comportement statique en traction d'un composite UD Lin/ELIUM, (a)  $[0^\circ]_{12}$  et (b) drapage à  $[\pm 45^\circ]_{3S}$  [43]

Sous sollicitations mécaniques statiques, les mécanismes d'endommagement au sein d'un composite stratifié se divisent en deux catégories : les phénomènes intra-laminaires, qui englobent toutes les dégradations se produisant à l'intérieur du pli, et les phénomènes interlaminaires, qui correspondent aux délaminages entre les plis du stratifié. Ces phénomènes sont illustrés sur la Figure 94 ci-dessous.

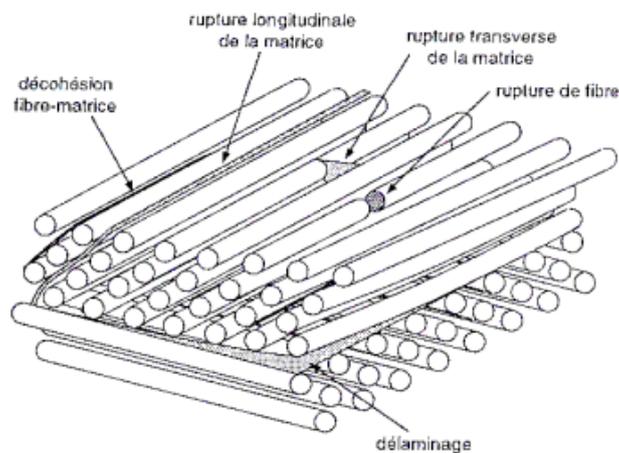


Figure 94 : Mécanisme d'endommagement d'un composite UD sous sollicitation mécanique statique [95]

À l'échelle microscopique, trois principaux types de dégradations peuvent être observés au sein d'un pli unidirectionnel (UD) :

- **La fissuration matricielle**, qu'elle soit longitudinale ou transverse : la nature non uniforme du composite à l'échelle micro favorise l'émergence d'un champ de contraintes irrégulier, ce qui peut conduire à des contraintes locales dépassant la limite de résistance de la matrice.
- **La décohésion fibre/matrice** : Ce mécanisme intervient à une échelle microscopique et se manifeste en premier lieu au sein du composite. Il est intrinsèquement lié à l'interaction entre la fibre et la matrice, où divers additifs peuvent être incorporés dans la matrice pour modifier les propriétés de cette interface.
- **La rupture des fibres** : en général, cela se produit juste avant la rupture du composite. La progression du délaminage à une échelle visible perturbe le transfert efficace des contraintes entre les plis, entraînant une concentration croissante de la charge sur certains d'entre eux jusqu'à la rupture. Elle se produit principalement dans les plis les moins désorientés par rapport à la direction de sollicitation. La fissuration transverse représente la propagation de la séparation entre la fibre et la matrice ainsi que la rupture de cette dernière. Ces fissures s'étendent de manière parallèle aux fibres, traversant entièrement l'épaisseur du pli.

Le délaminage dans les composites unidirectionnels représente une dégradation interlaminaire. Ce phénomène se produit lorsque les couches successives du composite se séparent sous l'effet de contraintes mécaniques et/ou thermiques. Dans les composites unidirectionnels, où les fibres sont alignées dans une seule direction, le délaminage est souvent initié par des fissures matricielles ou des décohésions fibre/matrice [97], [98]. De plus, le refroidissement post-polymérisation peut engendrer des contraintes résiduelles notables dans cette zone. En effet, la différence de coefficients de dilatation thermique entre les fibres et la matrice polymère entraîne des variations de contraction lors du refroidissement. Ce processus de séparation peut gravement affecter les propriétés mécaniques du composite, notamment sa résistance et sa rigidité, et conduire à une perte d'intégrité structurelle.

Dans le cadre d'un chargement statique monotone, les mécanismes de dégradation se manifestent généralement par la décohésion fibre-matrice et le délaminage local, initiés par les contraintes résiduelles résultant des procédés de fabrication à haute température des composites. Il est important de souligner que l'utilisation d'un ensimage homogène et efficace peut considérablement atténuer la problématique de la décohésion fibre-matrice. Lors de l'utilisation de la pièce composite, ces phénomènes se développent graduellement avec la charge imposée. La décohésion fibre-matrice s'accumule, suivie de la coalescence des fissures, engendrant la fissuration transverse jusqu'à saturation. C'est alors que le délaminage macroscopique s'amorce, principalement aux bords et aux zones de discontinuités géométriques telles que les trous. La rupture des fibres intervient une fois que la contrainte maximale dans les fibres est atteinte. Cependant, comme évoqué précédemment, l'orientation du drapage du stratifié peut amener un mécanisme de ruine différent. En effet, pour une plaque composite avec un empilement de  $[\pm 45^\circ]$ , la dégradation survient sans qu'il y ait de rupture de fibre et presque aucune fissuration transverse [98]. Le développement de la décohésion fibre-matrice, combiné aux contraintes hors-plan générées par les effets de bord, conduit au délaminage macroscopique, se propageant à travers toute la largeur de l'éprouvette.

À l'échelle microscopique, les phénomènes observés dans les matériaux composites se manifestent de manière discrète. Cependant, lorsqu'on passe à l'échelle mésoscopique, la décohésion fibre-

matrice ainsi que le délaminage local peuvent être traités de manière plus homogène, représentés comme des phénomènes continus. Cette approche se poursuit à l'échelle macroscopique, où même la fissuration transverse peut être traitée de façon continue. Le choix de l'échelle de modélisation revêt alors une grande importance, déterminant la complexité du modèle mais aussi les types de campagnes expérimentales à mener et les méthodes d'identification nécessaires pour caractériser les paramètres des matériaux.

### II.3.3. Comportements mécaniques des composites sous sollicitations dynamiques

Dans la conception de composants destinés à des environnements soumis à des chocs et à des impacts, notamment dans les secteurs de l'automobile et de l'aéronautique, la compréhension approfondie du comportement des matériaux revêt une importance capitale. Cela permet d'éviter l'utilisation excessive de coefficients de sécurité, qui peuvent être excessivement contraignants. Souvent, les lois de comportement sont établies à partir d'essais quasi-statiques, sans vérification de leur validité pour des sollicitations plus rapides, typiquement rencontrées dans des situations de chocs ou d'impacts. Le domaine du comportement mécanique des matériaux composites à fibres longues, soumis à des vitesses élevées, a suscité diverses investigations. La plupart des études se concentrent sur des composites renforcés de fibres continues telles que le carbone, le verre ou le kevlar, associées à une matrice thermodurcissable [99], [100]. La Figure 95 présente l'évolution schématique d'une courbe contrainte-déformation en fonction de la vitesse de sollicitation pour des matériaux composites, démontrant les tendances selon la vitesse appliquée. En général, lorsqu'elle augmente, le comportement non-linéaire initialement observé en quasi-statique tend à se rigidifier. Par exemple, la pente initiale de la courbe contrainte/déformation s'accroît, les effets assimilables à de la pseudo-plasticité tendant à saturer. De même, la contrainte à la rupture augmente tandis que la déformation à rupture diminue.

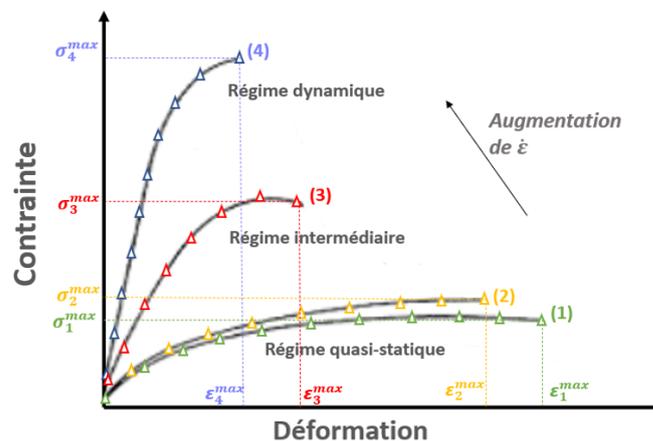


Figure 95 : Tendance d'évolution d'une courbe contrainte-déformation avec la vitesse de déformation pour un composite UD type  $[\pm 45^\circ]$

Toutefois, ces conclusions sont à nuancer selon la nature de la matrice polymère et la proportion des renforts dans la direction sollicitée. De plus, les phénomènes observés varient en fonction de la prédominance ou non des renforts dans la direction sollicitée, engendrant des différences marquées dans les effets visqueux.

Concernant les composites composés de plis à  $0^\circ$  et sollicité dans le sens des fibres, les recherches menées sur les stratifiés unidirectionnels carbone/époxy [101] mettent en évidence une stabilité des modules élastiques indépendamment de la vitesse de déformation. Cette constance des modules élastiques est attribuable aux fibres de carbone, dont le module d'Young moyen est environ trois fois supérieur à celui des fibres de verre E. Cette différence permet aux fibres de carbone d'atténuer les effets visqueux de la résine, principalement dans le domaine élastique. En revanche, les composites à fibres de verre, du fait de leur rigidité moindre par rapport au carbone, présentent une sensibilité visible à la vitesse de déformation, même dans le cas de composites constitués de plis à  $0^\circ$  et soumis à une sollicitation dans le sens des fibres. Shokrieh [102] a mis en œuvre un dispositif de traction servo-hydraulique pour générer une gamme de vitesses de déformation, allant du quasi-statique à des vitesses intermédiaires allant jusqu'à  $100 \text{ s}^{-1}$ . Son étude vise à examiner comment les composites unidirectionnels, composés de fibres de verre et de résine époxy, réagissent aux variations de la vitesse de déformation. Les résultats obtenus montrent une tendance significative à l'augmentation de la résistance longitudinale des laminés avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Cette augmentation était de l'ordre de 52 % à la vitesse la plus élevée ( $85 \text{ s}^{-1}$ ). L'effet de la vitesse de déformation sur le module de traction est sensible, la rigidité du verre/époxy tend à augmenter légèrement avec l'augmentation de la vitesse de déformation (jusqu'à 12 %). Tout comme le module de traction, la déformation à la rupture montre une légère tendance à augmenter avec l'augmentation de la vitesse de déformation (jusqu'à 10 %).

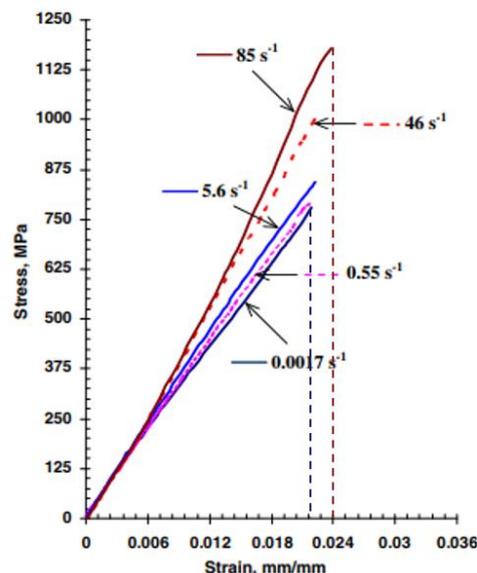


Figure 96 : Courbes contrainte-déformation en traction de composites  $[0^\circ]$  Verre/Epoxy pour des vitesses de déformation comprises entre  $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $85 \text{ s}^{-1}$  [102]

L'inspection visuelle des spécimens rompus révèle des changements significatifs sur les faciès de rupture avec l'augmentation de la vitesse de déformation. La modification de la réponse mécanique avec l'augmentation de la vitesse de déformation est associée à une variation des modes d'endommagements. À de faibles vitesses de déformation, les zones endommagées couvrent une petite partie de la surface de rupture, tandis qu'avec l'augmentation de la vitesse de déformation, la zone endommagée concerne l'ensemble de la section utile où des décollements importants entre les fibres et la matrice ont également été observés.

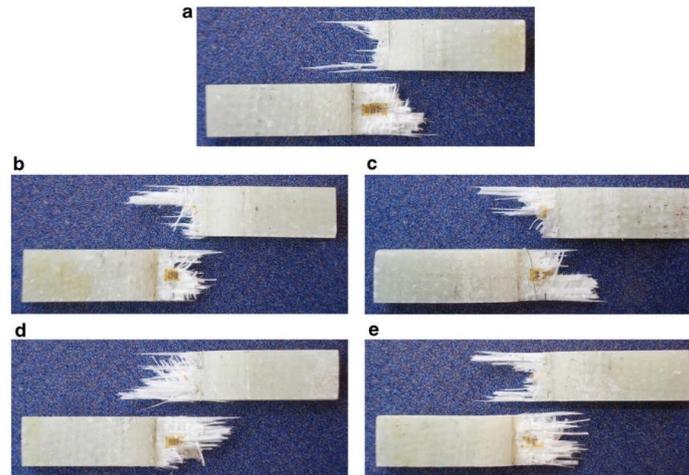


Figure 97 : Éprouvettes rompues de composites  $[0^\circ]$  Verre/Epoxy, (a)  $1.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , (b)  $0.55 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $5.6 \text{ s}^{-1}$  (d)  $46 \text{ s}^{-1}$  et  $85 \text{ s}^{-1}$  et (e)  $85 \text{ s}^{-1}$  [102]

Cui et al. [103] ont consacré leurs efforts à étudier l'impact de la vitesse de déformation sur les caractéristiques de cisaillement plan dans les stratifiés composites carbone/Epoxy IM7/8552, couvrant une large gamme de taux de déformation, de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $1300 \text{ s}^{-1}$ . Les échantillons à  $\pm 45^\circ$  étaient de forme d'haltères, avec une longueur de jauge de 8 mm et une épaisseur de 2 mm. Ils ont mené une série d'expériences en quasi-statique à l'aide d'une machine de traction de 20 kN, et ont également réalisé des essais dynamiques à l'aide d'un dispositif de barre d'Hopkinson développé en interne au laboratoire pour caractériser les échantillons dans des conditions de traction dynamique. L'étude a révélé une augmentation significative de la contrainte à la rupture et une diminution de la déformation finale à mesure que la vitesse de déformation augmentait, accompagnées d'une sensible augmentation du module d'élasticité en cisaillement.

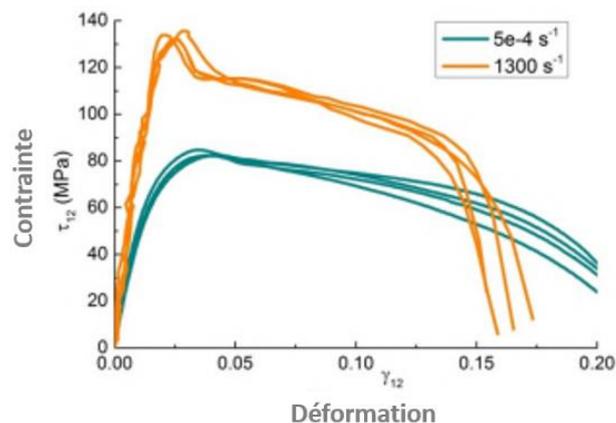


Figure 98 : Courbes contrainte-déformation en traction de composites  $[\pm 45^\circ]$  IM7/8552 pour des vitesses de déformation comprises de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1300 \text{ s}^{-1}$  [103]

Cui et al. [103] ont ensuite minutieusement étudié les surfaces de rupture des échantillons composés de plis à  $\pm 45^\circ$  en tension, comme l'illustre la Figure 99. Dans les essais dynamiques, des microfissures ont été observées à la surface des plis. La résine époxy a également montré des déformations plus prononcées à des vitesses de chargement inférieures, suggérant un comportement de rupture moins ductile lors de ces essais dynamiques. Les délaminations ont débuté sous forme de fissures dans la résine époxy, et les ruptures aux interfaces fibres/matrices

n'étaient pas clairement observées. En revanche, lors des essais quasi-statiques, des décollements entre les fibres et la résine ont été nettement identifiés. Il semblerait que la résistance des interfaces fibre/matrice augmente avec des chargements plus rapides, cette résistance devenant plus prédominante au sein des interfaces qu'au sein même de la résine. Cela entraîne une migration des mécanismes de rupture des interfaces vers la matrice.

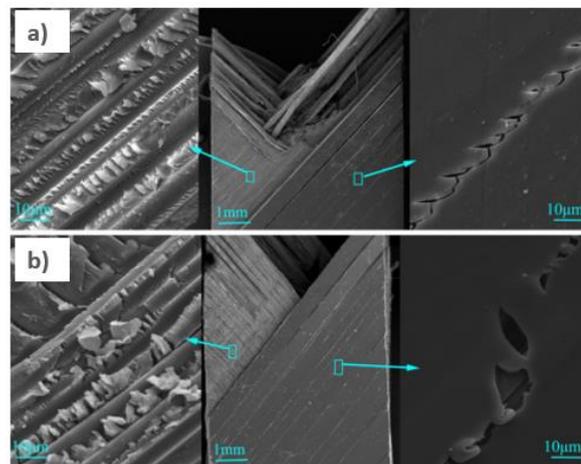


Figure 99 : Faciès de ruptures en traction de composites  $[\pm 45^\circ]$  IM7/8552, a) essais dynamiques, b) essais quasi-statique [103]

### II.3.4. Sensibilités à la vitesse de déformations des composites à fibres naturelles

L'exploration de l'influence de la vitesse de déformation sur des fibres sèches telles que le bambou, le lin, ou le basalte, ainsi que sur les polymères seuls, nous a permis de glaner des informations significatives dans les chapitres précédents. La prochaine étape vise à élargir cette perspective en l'abordant l'échelle des composites à fibres naturelles associées à des résines, cela nous permettra de mieux appréhender les comportements complexes et les résultats anticipés lors des essais dynamiques.

#### II.3.4.1. Composites à renforts de bambou

L'étude de l'impact de la vitesse de déformation sur les composites à base de fibres de bambou représente un domaine de recherche largement peu exploré jusqu'à présent. Ces composites offrent des performances mécaniques prometteuses qui pourraient s'avérer cruciales pour diverses applications. Cependant, malgré leur potentiel, leur comportement face à des chargements dynamiques rapides reste largement méconnu.

Noda [104] a étudié la sensibilité à la vitesse de déformation des composites constitués de fibres courtes de bambou, de longueurs comprises entre 1 et 3 mm, et d'une matrice thermoplastique de type polypropylène. Son exploration a impliqué une variation du pourcentage massique de fibres lors des processus d'infusion, allant de 1% à 20% de la masse totale du composite, associée à des vitesses de déformation oscillant entre  $9.26 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $9.26 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Pour un taux massique de fibres de 20%, la contrainte maximale a évolué de 46.1 MPa à  $9.26 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à 60.7 MPa à  $9.26 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , présentant ainsi une augmentation de 31%. Cependant, avec des proportions de fibres relativement modestes dans ces composites, il devient complexe de tirer des conclusions nettes sur l'impact du taux de déformation sur les fibres, ces dernières représentant une fraction réduite comparativement

à la résine. Étant donné que les résines sont souvent plus sensibles à la vitesse de déformation, établir des conclusions précises demeure délicat.

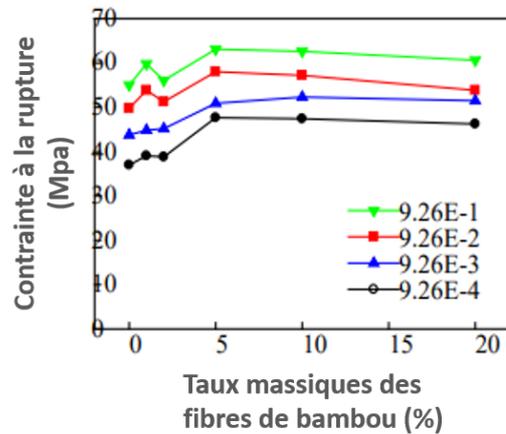


Figure 100: Relations entre la contrainte à la rupture et le taux de fibres pour composites à fibres de bambou et résine polypropylène à différentes vitesses de déformation [104]

Dans les recherches menées par Noda [104], les courbes de contrainte en fonction des déformations à différentes vitesses ont été tracées, en mettant particulièrement en avant les composites avec un taux de fibres de 20%, représentant le plus proche de nos conceptions. Une transition nette du comportement ductile à fragile a été observée avec l'accroissement de la vitesse de déformation, une caractéristique classique pour les composites soumis à des chargements dynamiques. Cette évolution s'est accompagnée, comme souvent dans ces cas-là, d'une augmentation de la contrainte à la rupture et d'une diminution de la déformation maximale à mesure que la vitesse de déformation augmentait. Bien que la portion initiale des courbes, correspondant à la phase élastique, ne soit pas aisément discernable avec précision, une observation se dégage : l'augmentation du module d'Young de ces plaques composites à base de renforts de bambou ne semble pas être significativement sensible à l'accroissement de la vitesse de déformation.

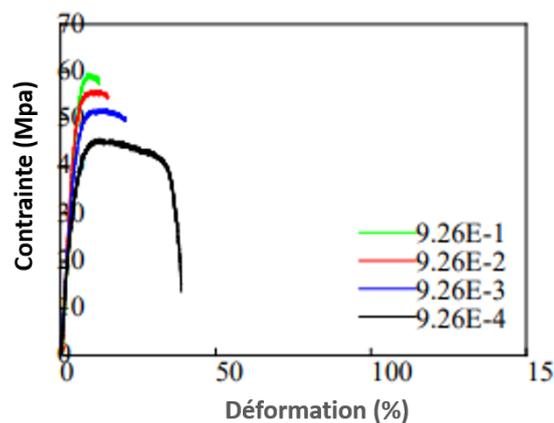


Figure 101: Courbes contrainte-déformation en traction d'éprouvettes composites Bambou/PP pour des vitesses de déformation comprises entre  $9.26 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $9.26 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  [104]

### II.3.4.2. Composites à fibres de lin

Les composites à base de fibres de lin suscitent un intérêt croissant au sein de la communauté scientifique, particulièrement dans des domaines tels que les études de crash et les impacts. Ces

matériaux ont attiré l'attention de plusieurs chercheurs cherchant à comprendre leur comportement sous des chargements dynamiques.

Wang et al [105] ont mené une série d'essais de caractérisation en traction sur des composites constitués de tissus de fibres de lin et de résine époxy, utilisant une machine servo-hydraulique pour explorer une gamme variée de vitesses de déformation, allant de  $0.764 \text{ s}^{-1}$  à  $135.68 \text{ s}^{-1}$ . Cette étude a révélé des variations significatives dans les propriétés mécaniques des composites en fonction de la vitesse de déformation. Une tendance marquante se dessine avec une augmentation substantielle de la contrainte à la rupture à partir de  $79.12 \text{ s}^{-1}$ . Les résultats indiquent une contrainte maximale de  $24.96 \text{ MPa}$  à une vitesse de déformation de  $0.762 \text{ s}^{-1}$ , évoluant à  $34.19 \text{ MPa}$  pour  $79.12 \text{ s}^{-1}$ , puis atteignant  $46.35 \text{ MPa}$  à  $135.68 \text{ s}^{-1}$ . Quant à la déformation maximale, elle reste relativement stable aux vitesses de déformation inférieures à  $79.12 \text{ s}^{-1}$ , autour de  $0.02$ . Cependant, à  $135.68 \text{ s}^{-1}$ , la déformation à la rupture s'élève à  $0.027$ , révélant une augmentation notable de  $35\%$ .

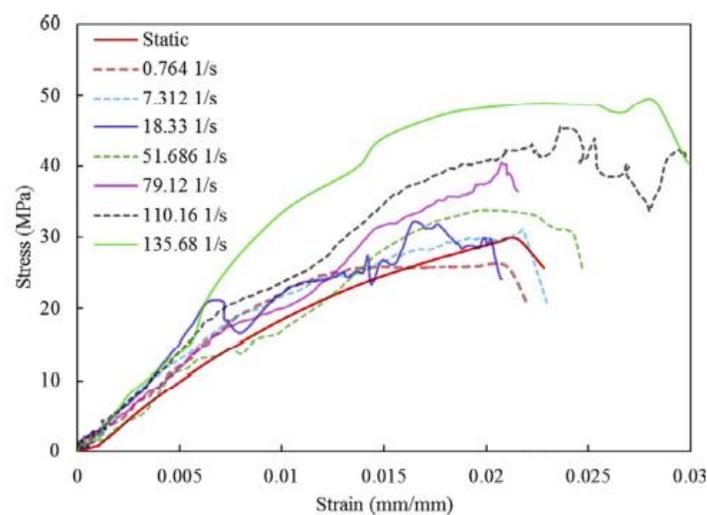


Figure 102: Courbes contrainte-déformation en traction d'éprouvettes composites Lin/Epoxy pour des vitesses de déformation comprises entre  $0.764 \text{ s}^{-1}$  à  $135.68 \text{ s}^{-1}$  [105]

Les ruptures avec des vitesses de déformations inférieures à  $79.12 \text{ s}^{-1}$  ont un profil similaire, à savoir une rupture unique perpendiculaire à la direction de sollicitations alors que pour les vitesses d'essais supérieures plusieurs zones de ruptures sont mises en évidence.

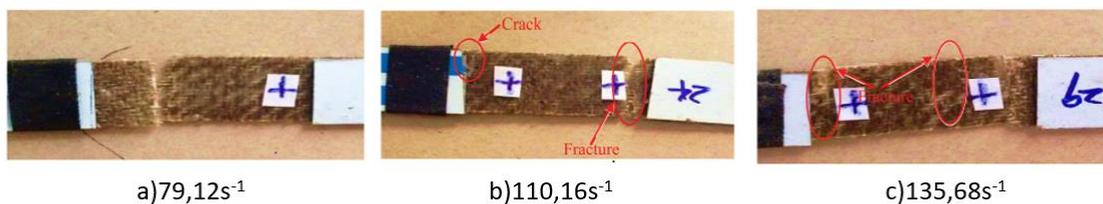


Figure 103: Modes de ruptures d'éprouvettes composites Lin/Epoxy (a)  $79.12 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $110.16 \text{ s}^{-1}$  et (c)  $135.68 \text{ s}^{-1}$  [105]

L'étude menée par Lefebvre [43] sur l'effet de la vitesse de déformation dans les essais de traction des composites Lin/Elium, utilisant un empilement de type  $[0^\circ, 90^\circ]$ , a permis d'apporter des informations sur la sensibilité des propriétés mécaniques de ce matériau sur un large éventail de sollicitations dynamiques, de  $0.0002 \text{ s}^{-1}$  à  $39 \text{ s}^{-1}$ . Les essais quasi-statiques ont été réalisés sur la machine universelle Instron 5969, tandis que les essais à vitesses intermédiaires ont été conduits

sur une machine de traction hydraulique et une tour de chute. Pour analyser l'impact de la vitesse, un essai quasi-statique a été représenté en pointillé et comparé à un essai dynamique intermédiaire à  $6.7\text{s}^{-1}$ . Le comportement observé est semblable à celui en quasi-statique : deux phases distinctes se dessinent avec une première pente mesurant le module apparent du composite, suivie d'une seconde pente finale. La transition marquée du comportement quasi-statique (flèche pointillée) semble moins prononcée lors des essais en régime intermédiaire (flèche pleine). L'évaluation des pentes des courbes associées révèle que ni le module initial ni le module final des éprouvettes testées en régime dynamique intermédiaire ne semblent être affectés par l'accroissement de la vitesse.

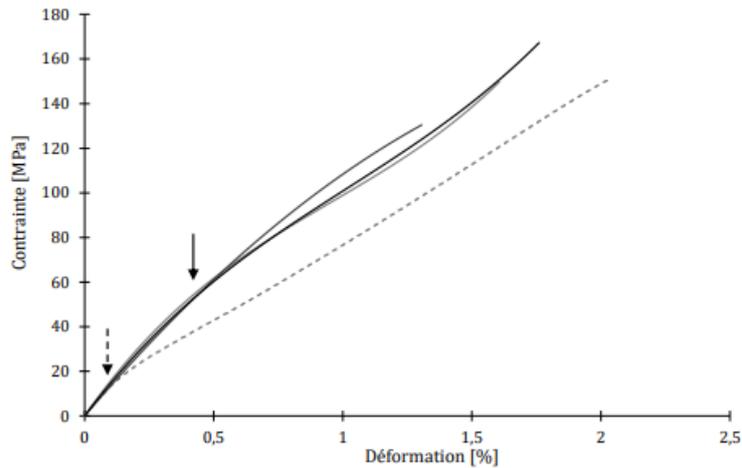


Figure 104: Courbes contrainte-déformation en traction d'un composite Lin/ELIUM [0,90] à  $0.0002\text{ s}^{-1}$  (Traits pointillés) et à  $6.7\text{ s}^{-1}$  (traits pleins) [43]

L'observation d'une sensibilité très faible à la vitesse de déformation à ces régimes spécifiques de sollicitations a été mise en évidence comme le démontre le tableau ci-après [43]. Les valeurs obtenues pour différentes vitesses se situent dans les limites des barres d'erreur (valeurs entre parenthèses), ce qui rend difficile une conclusion précise sur l'impact spécifique de la vitesse de déformation dans les essais de traction du composite Lin/Elium testé. Ces résultats soulignent la complexité de l'influence de la vitesse dans ces conditions et mettent en lumière la nécessité de poursuivre les investigations pour une compréhension plus approfondie de cet effet à ces régimes spécifiques de sollicitation.

	Vitesse de déformation [s <sup>-1</sup> ]	Module apparent [GPa]	Module final [GPa]	Contrainte à rupture [MPa]	Déformation à rupture [%]
Quasi-statique	0.0002	13.7 (1.0)	7.2 (0.3)	152.9 (6.7)	2.02 (0.02)
Hydraulique	6.7	14.5 (1.1)	7.7 (0.9)	149.2 (18.4)	1.56 (0.23)
Puits de chute	39	13.2 (2.0)	-	156.4 (10.4)	1.66 (0.20)

Figure 105: Propriétés mécaniques en traction en fonction de la vitesse de déformation d'un composite Lin/ELIUM [43]

### II.3.4.3. Composites à fibres de basalte

Depuis quelques années l'analyse des effets de la vitesse de déformation sur le comportement et les propriétés mécaniques des composites à fibres de basaltes attire de plus en plus la communauté

scientifique. Chen et al [106] ont étudié le comportement en traction de composites unidirectionnelles à base de fibres de basaltes et de résine époxy du quasi statique à la dynamique jusqu'à une vitesse de déformation de  $259 \text{ s}^{-1}$ . Ils ont montré que la contrainte à la rupture en traction, la déformation à la rupture et le module élastique augmentait de façon considérable lorsque la vitesse de déformation était supérieure à  $120 \text{ s}^{-1}$ .

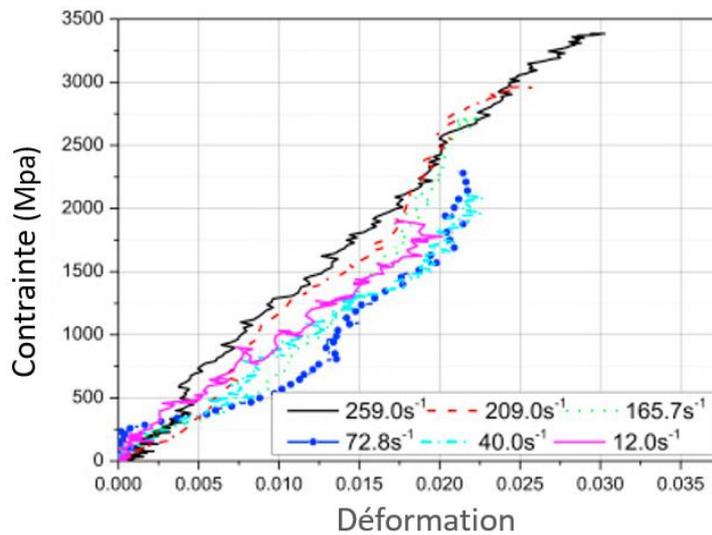


Figure 106: Courbes contrainte-déformation d'un composite UD fibres de basaltes pour des vitesses de déformation comprises entre  $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $259 \text{ s}^{-1}$  [106]

La Figure 107 montre la relation entre le module d'élasticité du composite et la vitesse de déformation. Tout comme la contrainte maximale et la déformation à la rupture, le module d'élasticité du composite montre une sensibilité limitée à la vitesse de déformation dans la plage de basses vitesses. Cependant, lorsque la vitesse de déformation dépasse  $120 \text{ s}^{-1}$ , le module d'élasticité augmente significativement avec la vitesse de déformation. Lorsque la vitesse de déformation atteint  $259 \text{ s}^{-1}$ , le module d'élasticité passe de  $77,9 \text{ GPa}$  à  $111,7 \text{ GPa}$ , avec une augmentation de  $43,4\%$ .

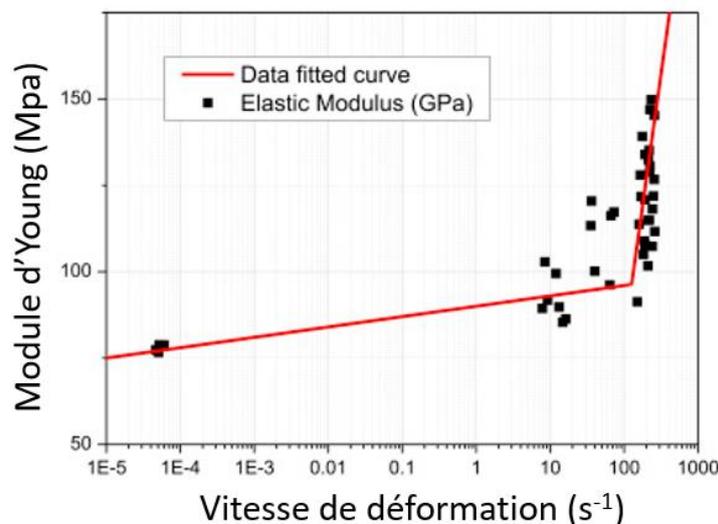


Figure 107: Évolution du module d'Young d'un composite UD à fibres de basaltes pour des vitesses de déformation comprises entre  $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $259 \text{ s}^{-1}$  [106]

Les expérimentations menées par Zhang et al [107] sur les tissus composites à base de fibres de basalte et de résine époxy, réalisées à l'aide de machines de traction hydraulique sur une plage de vitesses de déformation allant de  $19 \text{ s}^{-1}$  à  $133 \text{ s}^{-1}$ , ont mis en lumière des tendances significatives. Ils ont démontré une augmentation de la contrainte à la rupture et de la déformation maximale à mesure que la vitesse de déformation augmentait. Ils ont noté que la résistance à la traction quasi-statique de  $521 \text{ MPa}$  dépasse légèrement celles mesurées à  $19 \text{ s}^{-1}$  et  $28 \text{ s}^{-1}$ . Cette divergence pourrait s'expliquer par les différences de comportement de rupture entre les tests quasi-statiques et dynamiques. Dans le composite, la rupture des fils tend à se produire simultanément sous une charge quasi-statique, alors qu'elle commence par un seul fil ou quelques fils à des vitesses de déformation plus élevées, entraînant une redistribution des contraintes et une résistance à la traction plus faible. Les données révèlent également une augmentation marquée de la résistance à la traction, passant de  $484 \text{ MPa}$  à  $513 \text{ MPa}$ ,  $594 \text{ MPa}$  et  $704 \text{ MPa}$  à des vitesses de déformation de  $19$ ,  $28$ ,  $82$  et  $133 \text{ s}^{-1}$  respectivement. De même, les valeurs de déformation maximale augmentent, atteignant  $0,085$  à  $0,096$  à mesure que la vitesse de déformation augmente de  $19$  à  $133 \text{ s}^{-1}$ . Il est intéressant de noter que les propriétés mécaniques du composite à base de fibres de basalte semblent peu évoluer en deçà d'une vitesse de déformation de  $82 \text{ s}^{-1}$ .

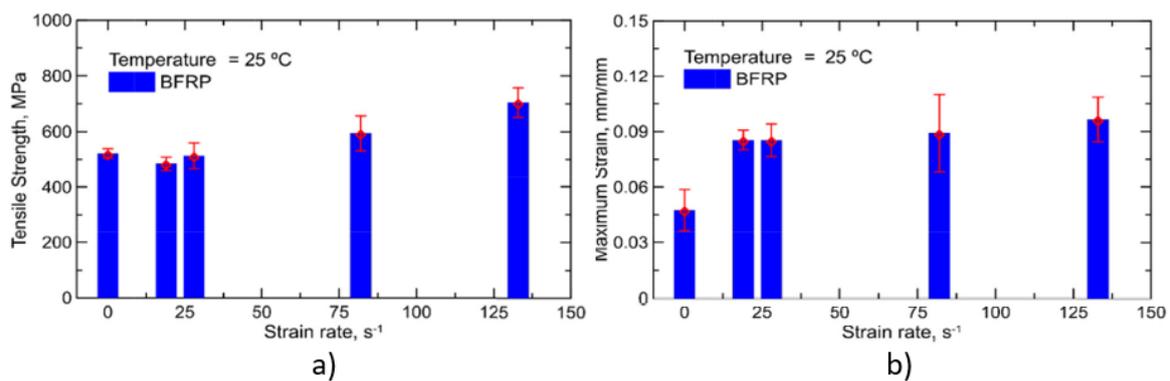


Figure 108: Évolution de la contrainte max a) et b) et de la déformation à la rupture d'un composite tissé à fibre de Basalte/Epoxy en fonction de la vitesse de déformation [107]

## Bilan de la Partie II

Cette revue bibliographique a permis de mettre en avant les verrous scientifiques et techniques liés à l'utilisation des composites à renforts naturels et résines thermoplastiques dans le cadre d'applications dynamiques rapides telles que les chocs, crashes et impacts.

L'effet de la vitesse de déformation sur les composites à fibres naturelles reste peu documenté, de même que sur les fibres seules, notamment le bambou, le lin et le basalte. Actuellement, les recherches sur la sensibilité des fibres de lin aux variations de vitesse de déformation se concentrent principalement sur des valeurs relativement basses. Bien que le basalte ait été plus souvent étudié sous l'angle de la sensibilité à la vitesse de déformation, les résultats sur des vitesses de déformation moyennes, autour de  $100 \text{ s}^{-1}$ , sont encore rares. Par ailleurs, cette étude bibliographique a révélé que, malgré les recherches récentes sur les résines thermoplastiques telles qu'Elum, leur comportement mécanique, particulièrement sous des sollicitations dynamiques rapides, reste encore peu exploré. Quant au PA11, bien que mieux connu pour son comportement statique, il manque de documentation sur sa sensibilité à la vitesse de déformation. Les travaux visent à combler cette lacune en explorant les propriétés mécaniques de ces matériaux à des vitesses de déformation beaucoup plus élevées, de l'ordre de  $100 \text{ s}^{-1}$ . Cette approche permettra de mieux appréhender les comportements des matériaux lors de scénarios de crash ou d'impact, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives pour les secteurs de l'industrie automobile et aéronautique.

L'état de l'art sur les composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques a mis en lumière les défis spécifiques de leur mise œuvre posés par l'utilisation de fibres végétales, notamment leur sensibilité aux dégradations thermiques. Ces dégradations, causées par les températures élevées souvent rencontrées lors des processus de fabrication, peuvent altérer les propriétés des fibres végétales, affectant ainsi la qualité globale du matériau composite. Les composites élaborés par thermocompression sont soumis à une triple influence de paramètres cruciaux : la pression, la durée de maintien et la température de fabrication. L'optimisation de ces composites résulte de l'adoption de valeurs appropriées pour ces trois paramètres clés. En outre, la température de fusion élevée des polymères thermoplastiques impose un choix judicieux des polymères pour garantir une température de mise en œuvre inférieure au seuil de dégradation des renforts, avec un maintien en température de courte durée. Cela est essentiel pour éviter toute altération des fibres naturelles et nécessite l'utilisation de dispositifs de thermocompression performants, capables d'atteindre des vitesses de chauffage et de refroidissement élevées.

## Partie III. Matériaux et mises en œuvre

Ce chapitre a pour but de détailler en profondeur les choix de renforts et de polymères effectués pour les campagnes expérimentales, visant à caractériser les divers composants ainsi que les composites résultants.

Les caractéristiques générales de ces renforts et polymères ont déjà été abordées dans la section bibliographique, notamment dans les paragraphes II.1 et II.2. Ici, nous nous concentrerons sur les références spécifiques des produits, offrant une vision détaillée de leur géométrie, avec une attention particulière sur les sections des fibres seules. Cette précision est essentielle, car elle permet de convertir les efforts mesurés lors des caractérisations mécaniques des fibres en contraintes, ce qui est important pour déterminer des propriétés telles que le module d'élasticité ou module de Young de ces renforts. Les trois renforts naturels sélectionnés — le bambou, le lin et le basalte — ont été choisis non seulement pour leur caractère écologique, mais surtout pour leurs propriétés mécaniques spécifiques, comparables à celles des fibres de verre. Les deux polymères thermoplastiques choisis offrent l'avantage d'être recyclables, contribuant ainsi à la réduction des émissions de CO<sub>2</sub>. De plus, ces résines sont compatibles, en termes de température de mise en œuvre, avec les renforts végétaux, qui sont sensibles aux températures élevées.

Ce chapitre présente également les dispositifs utilisés lors de la fabrication des différentes plaques composites, en détaillant les paramètres appliqués lors des fabrications par thermocompression et par infusion. Il aborde également les taux volumiques de fibres atteints lors de la réalisation de nos diverses plaques composites, offrant ainsi une vue complète et précise des méthodes et matériaux utilisés dans nos recherches.

### III.1. Fibres et polymères sélectionnés pour l'étude

#### III.1.1. Les rubans de bambou

Les composites à base de renfort de bambou ont été confectionnés à partir de rubans de bambou, se présentant sous la forme d'unidirectionnel avec un grammage de 150 g/m<sup>2</sup> par pli. L'entreprise COBRATEX, basée en France à Carbone près de Toulouse, a fourni ces renforts sous la désignation de « Complexe Unidirectionnel Bambou ».

La largeur théorique des rubans, ainsi que leur épaisseur fournie par COBRATEX, sont respectivement de 5 mm et 0.3 mm. Une analyse au microscope optique, illustrée sur la Figure 109, révèle une épaisseur variable le long de la section du ruban, variant de 0.32 mm à 0.48 mm pour une longueur d'environ 4.81 mm. La surface de la section du ruban, estimée à 2,09 mm<sup>2</sup> par analyse d'image, sera arrondie à une surface moyenne de 2 mm<sup>2</sup> pour les caractérisations mécaniques des rubans de bambou.

Cette simplification permet de convertir les efforts mesurés en contraintes de manière plus aisée, tout en minimisant les erreurs d'approximation, notamment en raison de la variabilité des sections sur les différents échantillons.



de  $0.230 \text{ mm}^2$ , correspondant, avec l'hypothèse simpliste d'une section cylindrique, à un diamètre de 541 microns. Cette valeur concorde avec l'observation de la Figure 110c, affichant un diamètre de 580 microns.



Figure 110 (a) Vue d'un unidirectionnel de Lin 360 gsm, (b) fibre technique de Lin, (c) mesure de la section

### III.1.3. Les fibres de basalte

Le FILAVATM, la source de basalte, se présente sous la forme d'un taffetas quasi-unidirectionnel d'un poids de  $360 \text{ g/m}^2$ , comportant 4,4 fils/cm dans le sens de la chaîne (700 tex) et 4,5 fils/cm dans le sens de la trame (100 tex), avec un ratio (%) chaîne/trame de 85/15. Enrichies en divers additifs minéraux, les fibres de basalte sont soigneusement traitées pour améliorer et garantir leurs propriétés mécaniques, thermiques et chimiques d'origine. Dotées d'un ensimage spécifique, désigné IS59, ces fibres établissent des interfaces optimisées avec les polymères, notamment les polyamides dans notre cas. Ces fibres de basalte sont fournies par l'entreprise belge ISOMATEX, basée à Gembloux, avec la référence de produit UD BSB3\_360.005.0127.IS59. Le quasi-unidirectionnel est composé de fibres individuelles regroupées sous forme de fibre technique de basalte, comme illustré dans la Figure 111.

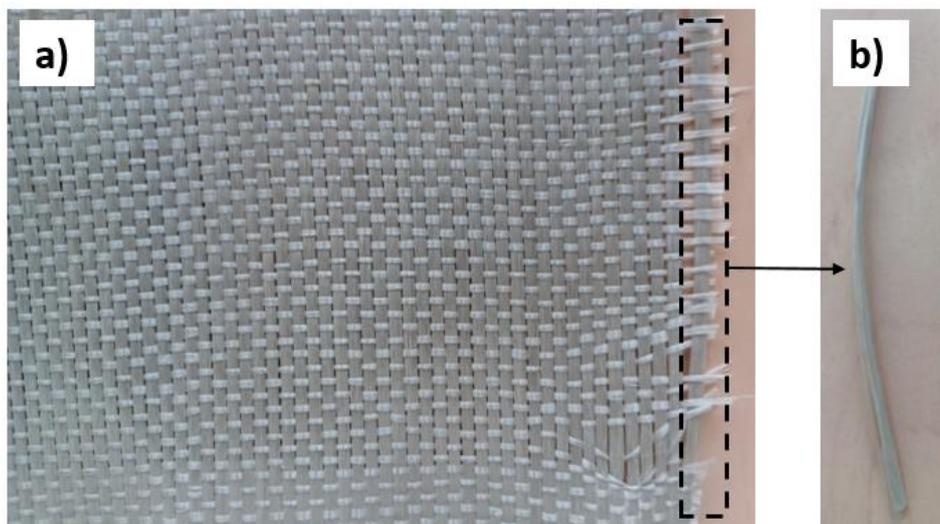


Figure 111 (a) Vue d'un unidirectionnel de FILAVA™ 360 gsm, (b) fibre technique de FILAVA™

L'emploi d'un microscope électronique à balayage (MEB) a été privilégié dans un premier temps pour estimer la section d'une fibre technique de basalte, étant donné que les éprouvettes de caractérisation de ces fibres seront constituées de cinq fibres techniques. À cette échelle, la connaissance précise de la section de chaque fibre technique est importante pour déterminer son module d'Young. Malgré une découpe soignée de la section de la fibre technique, la Figure 112a révèle que les fibres unitaires ne sont pas correctement regroupées, laissant des vides entre elles. Ainsi, une évaluation visuelle de cette section pourrait être biaisée et conduire à une surestimation significative des résultats. Diverses tentatives ont été effectuées pour mieux regrouper et rapprocher les fibres unitaires, notamment l'utilisation de colle cyanoacrylate ou de paraffine à l'extrémité de la fibre technique. Cependant, ces méthodes avaient tendance à augmenter visuellement la section en introduisant des éléments entre les fibres unitaires. Malgré ces défis, l'utilisation du MEB a permis de mesurer le diamètre des fibres unitaires de FILAVA™. La Figure 112b montre que leur diamètre moyen est d'environ 11  $\mu\text{m}$ , ce qui concorde avec les données du fournisseur ISOMATEX, indiquant un diamètre compris entre 9 et 11  $\mu\text{m}$ .

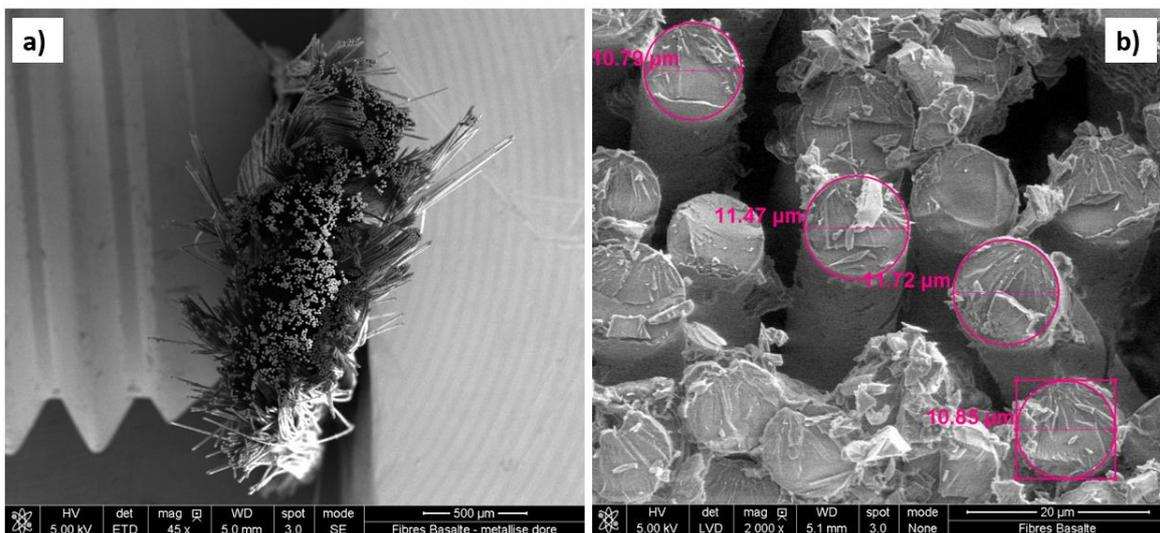


Figure 112 (a) Visualisation d'une fibre technique de FILAVA™, (b) mesure du diamètre des fibres unitaires

La mesure de la section d'une fibre technique de basalte a été réalisée selon la méthode de pesée, exploitant la densité relativement bien connue et documentée du basalte, avec une valeur de masse fournie par ISOMATEX pour le FILAVA à 2.60 g/cm<sup>3</sup>. Pour ce faire, 40 fibres techniques ont été méticuleusement découpées à une longueur de 90 mm. L'utilisation d'un nombre significatif de fibres techniques vise à atténuer les écarts potentiels qui pourraient exister au niveau de la géométrie de chaque fibre technique, même si les méthodes de production du FILAVA™ sont réputées robustes. La pesée effectuée sur une balance électronique a révélé une masse de 1.90 g, permettant ainsi d'estimer la section équivalente moyenne d'une fibre technique de FILAVA™ à 0.203 mm<sup>2</sup>.

### III.1.4. Les polymères

Les deux polymères thermoplastiques proviennent de la société ARKEMA. Le premier, ELIUM 188 XO, est un thermoplastique acrylique amorphe, proche du PMMA et qui résulte de la combinaison de la résine ELIUM 180 avec un catalyseur à base de peroxyde de dibenzoyl. Cette

résine est employée dans notre processus d'infusion à température ambiante pour la fabrication des plaques composites.

Le second polymère est un thermoplastique semi-cristallin, le Polyamide 11 (PA11), fourni sous forme de films d'une épaisseur variant entre 40 et 100 microns selon les différentes livraisons. Ce polymère sera utilisé dans le procédé de thermocompression et est référencé sous le nom RILSAN PA11.

## III.2. Fabrications des plaques par thermocompression

### III.2.1. Le pilote EDyCO

Le pilote EDyCO (Élaboration Dynamique de Composites Organiques) installé sur la plateforme MIMAUSA de l'Institut Clément Ader à Albi est une presse de thermocompression destinée à la fabrication de matériaux composites. Contrairement aux presses chauffantes conventionnelles équipées de cartouches chauffantes, la régulation thermique est réalisée grâce à une technologie de chauffage par induction électromagnétique conçue par Roctool (technologie 3iTech® de Roctool). L'utilisation de l'induction électromagnétique permet d'atteindre des vitesses de chauffage jusqu'à 40°/min. L'inducteur en cuivre se situe à mi-épaisseur des empreintes du moule, chaque bloc du moule est traversé par deux rangées de canaux de refroidissement. En disposant une rangée à proximité de la surface moulante comme présentée en Figure 113, des vitesses de refroidissement élevées peuvent être appliquées (jusqu'à 80°C/min). L'accélération des vitesses de chauffage et de refroidissement permet ainsi de réduire la durée des cycles de mise en œuvre et par conséquent de réduire le temps de séjour des matériaux organiques à haute température. La durée d'exposition des fibres naturelles à des températures supérieures à 180°C a ainsi pu être réduit à quelques minutes, ce qui d'après la littérature permet de préserver les propriétés mécaniques de ces fibres [84], [85].

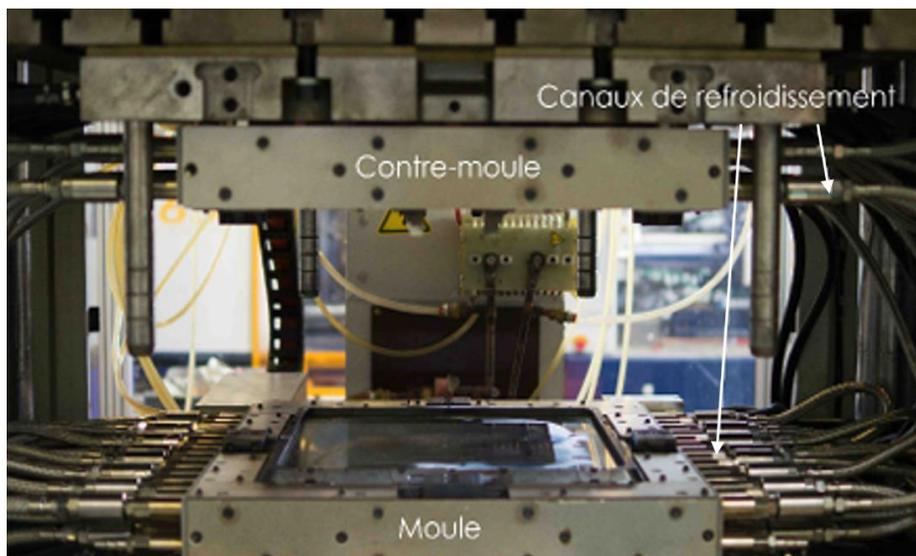


Figure 113 Système Roctool du pilote EDyCO [159]

La Figure 114 met en évidence l'envergure des installations. La compression est confiée à une presse hydraulique (B) où est intégré le système Roctool (A). La chaîne de chauffage, en partant de l'armoire électrique générale de l'installation (C), comprend un transformateur, un générateur

d'induction où la régulation de puissance offre la possibilité d'influer sur les vitesses de chauffage, un coffret de condensateurs et l'inducteur. Cette chaîne de chauffage est gérée depuis un pupitre de commande équipé d'un régulateur de température (D). De par la puissance engagée durant le chauffage, la plupart des organes électriques de cette chaîne de chauffage sont refroidis via un système de circulation d'eau. Le moule dispose quant à lui de son propre système de refroidissement assuré par un thermorégulateur à eau.



Figure 114 Présentation du pilote EDyCO

### III.2.2. Paramètres utilisés pour la fabrication des composites par thermocompression

Ce paragraphe vise à exposer les paramètres essentiels, notamment les valeurs de températures et de pression, utilisés dans la fabrication des plaques composites à l'aide du pilote de thermocompression EDyCO. Le paramètre de pression, exprimé en bar, représente l'effort de fermeture de la presse divisée par la surface du moule. Les plaques sont constituées soit d'un drapage de 8 plis orientés à  $0^\circ$ , soit d'un drapage symétrique composé de 8 plis à  $\pm 45^\circ$ . L'ensemble des plaques composites à matrice PA11 ont été fabriquées par thermocompression en utilisant un cadre et un contre moule formant une chambre de compression de dimension 300mm x 300mm. Afin d'atteindre un taux volumique de fibres  $V_f$  d'environ 50% avec 8 plis de renforts, la quantité de films positionnés dans la chambre de compression a été préalablement calculée de manière théorique selon la relation suivante :

$$\frac{1}{V_f} = 1 + \frac{\rho_f * n_m * e_{pm}}{M_f * n_f}$$

Où  $M_f$ ,  $\rho_f$ ,  $n_f$ ,  $n_m$  et  $e_{pm}$  représentent respectivement la masse surfacique d'un pli de renfort ( $\text{g.m}^{-2}$ ), la masse volumique du renfort ( $\text{g.m}^{-3}$ ), le nombre de plis de renfort, le nombre de films de polymère et l'épaisseur du film de polymère.

### III.2.2.1. Plaques composites Bambou/PA11

Quatre plaques composites Bambou/PA11 ont été confectionnées pour les diverses campagnes expérimentales. La première plaque a été élaborée en utilisant 8 plis unidirectionnels de ruban de bambou orientés à 0° et 18 plis de films de PA11 d'une épaisseur théorique de 75  $\mu\text{m}$ . Ces films ont été préalablement séchés dans une étuve pendant 2 heures à 100°C pour éliminer toute humidité éventuelle. Les paramètres de fabrication de cette première plaque ont été directement inspirés des travaux de Lebaupin [88] sur la création de composites Lin/PA11. Ils consistent en un maintien à environ 200°C sans pression pendant une minute, suivi d'une application de 25 bars de pression pendant 2 minutes, puis une imposition de 40 bars pendant deux minutes supplémentaires. Le moule est ensuite refroidi rapidement afin de minimiser l'exposition prolongée des rubans à des températures potentiellement dommageables. Il est à noter, comme illustré sur la Figure 115, que le passage de 50°C à 200°C nécessite environ 5 minutes, et le retour à 50°C prend sensiblement le même laps de temps, démontrant ainsi la rapidité et l'efficacité du pilote EDyCO.

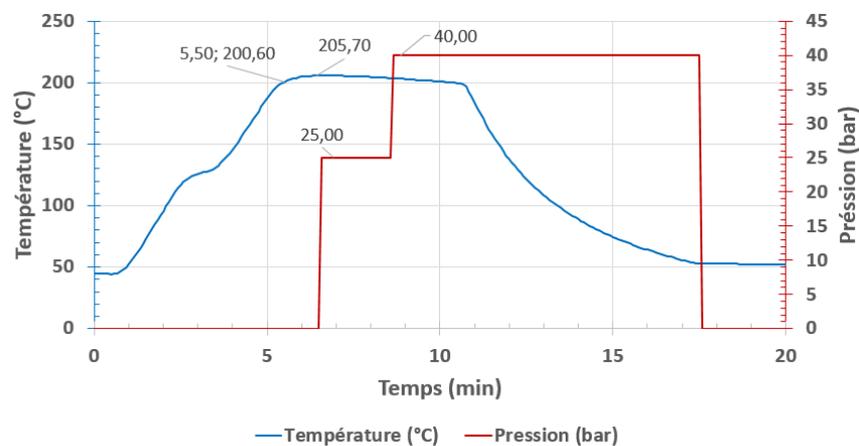


Figure 115 Évolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de la plaque n°1 Bambou/PA11 par thermocompression

Lors de la confection de cette plaque, une quantité significative de polymère PA11 flué à l'extérieur de la chambre de compression, remettant en question la méthode d'application de la pression, potentiellement excessive pour une bonne imprégnation des rubans de bambou. Les paramètres dérivés de la fabrication des composites lin/PA11, tels que présentés dans les travaux de Lebaupin, ne semblent donc pas être directement applicables à ce type de renfort, qui semble plus difficile à imprégner. En analysant les pesées des renforts secs, des films de PA11 introduits dans le moule, et de la masse de résine ayant flué à l'extérieur du moule lors de la fuite, le taux volumique de fibre pour cette première plaque de composite Bambou/PA11 est estimé à 70%. En effet, comme l'illustre la Figure 116, une analyse au microscope optique d'un échantillon prélevé dans la plaque révèle que les différents rubans ont subi une déformation considérable lors de la fabrication. Cette déformation est attribuée à la température et à la pression appliquées, ainsi qu'à la souplesse du parenchyme et des autres constituants, qui permettent aux rubans de s'adapter à la forme du moule. De plus, la résine n'a pas réussi à imprégner correctement les fibres et semble se localiser entre les plis des rubans sans parvenir à les pénétrer adéquatement.

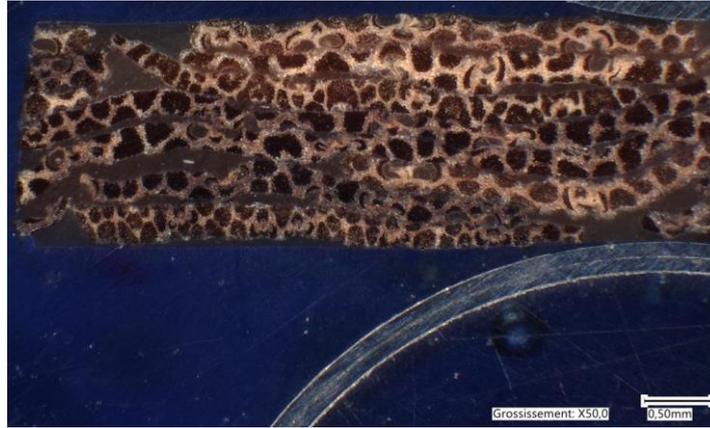


Figure 116 Microstructure de la plaque n°1 Bambou/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, grossissement x 50

Afin de remédier au problème de fluage du polymère observé lors de la première fabrication, des ajustements ont été apportés lors de la production de la deuxième plaque Bambou/PA11. Bien que la température et le drapage restent inchangés, avec toujours 8 plis orientés à 0°, une modification a été apportée au paramètre de pression. Durant cette seconde tentative, aucune pression n'a été appliquée durant la première minute à 200°C, puis une pression de 25 bars a été appliquée jusqu'au démoulage. Le maintien sous pression a donc été réduit à 4 minutes avant le refroidissement de l'ensemble, comme illustré dans le graphique de la Figure 117. Grâce à la modification apportée au paramètre de pression, le fluage de résine a été fortement réduit. Il semble que le bambou sous forme de ruban soit difficile à imprégner complètement au cœur du matériau avec le procédé de thermocompression. À travers les différentes pesées des constituants initiaux et la masse de résine perdue, il a été estimé que le taux volumique de fibre pour la deuxième plaque atteint 60%. Ce cycle de mise en œuvre a été ensuite appliqué pour la fabrication des plaques n°3 et n°4, constituées de drapages [0° 90°]<sub>2s</sub>. et un taux volumique de fibre de 60% a donc été supposé pour ces deux plaques.

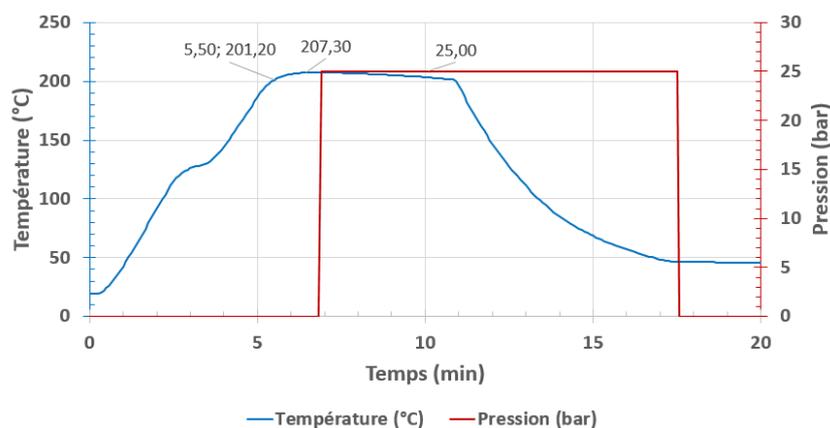


Figure 117 Evolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de la plaque n°2 Bambou/PA11 par thermocompression

### III.2.2.2. Plaques composites Lin/PA11

Lors des travaux, cinq plaques à base de renfort de fibre technique de lin et de polymère PA11 ont été nécessaires. Trois de ces plaques, dénommées n°1, n°2 et n°5, étaient composées de fibres orientées à 0°, tandis que les deux autres, n°3 et n°4, étaient constituées de drapages à [0° 90°]<sub>2s</sub>. Les quatre premières plaques ont été fabriquées avec 24 films de PA11 d'une épaisseur de 50 µm,

tandis que la dernière plaque, la n°5, a été préparée avec 30 films de 40  $\mu\text{m}$ . Toutes les plaques lin/PA11 ont suivi le même procédé de thermocompression, avec l'application d'une pression de 25 bars une minute après que la température de 210°C était atteinte, maintenue pendant 2 minutes, suivie d'une pression de 40 bars pendant 2 minutes et 30 secondes avant un refroidissement rapide à l'aide de l'installation EDyCO.

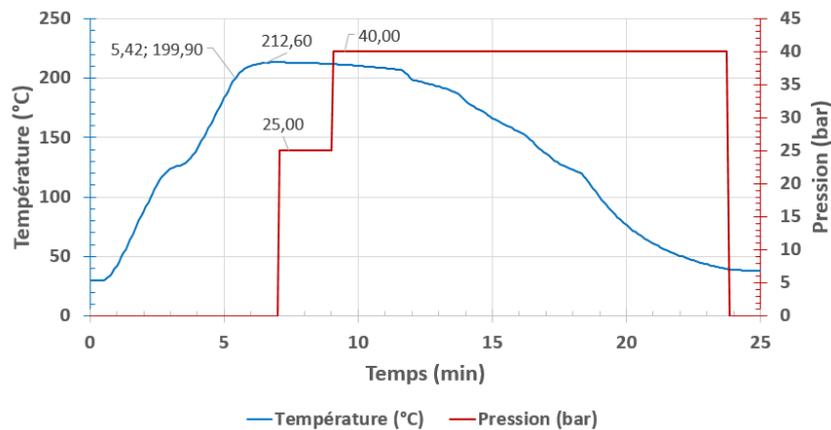


Figure 118 Évolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de plaques Lin/PA11 par thermocompression

Le taux volumique de la plaque n°5 a été déterminé avec précision en effectuant des pesées minutieuses des constituants initiaux et du composite final, permettant ainsi d'identifier un taux volumique de fibres de 61%. En ce qui concerne la fabrication des quatre premières plaques, où peu de données précises sur les pesées étaient disponibles, l'estimation du taux volumique de fibre a été basée sur le calcul théorique de la masse des constituants mis en jeu, compte tenu des grammages et des densités des matériaux utilisés. Peu de pertes de polymère ont été constatées lors de ces fabrications, et le taux volumique de fibres a été estimé l'évaluation à 54%. Cette valeur se révèle cohérente avec le taux de 61% mesuré par pesée sur la plaque n°5, d'autant plus que les mêmes paramètres de pression et de températures ont été appliqués pour l'ensemble des plaques.



Figure 119 Microstructure d'une Lin/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, grossissement x 50

### III.2.2.3. Plaques composites Basaltes/PA11

Quatre plaques composites renforcées de fibre de basalte ont été confectionnées en vue des divers essais à réaliser. Les plaques n°1 et n°4 sont constituées de 8 plis à 0°, tandis que les plaques n°2 et

n°3 sont composées d'un empilement  $[0^\circ 90^\circ]_{2s}$ . Toutes les plaques de basalte/PA11 ont suivi le même cycle de mise en œuvre avec un maintien à environ  $214^\circ\text{C}$  sans pression pendant une minute, suivi d'une application de 25 bars de pression pendant 2 minutes, puis de 40 bars pendant deux minutes supplémentaires, le moule étant ensuite refroidi rapidement.

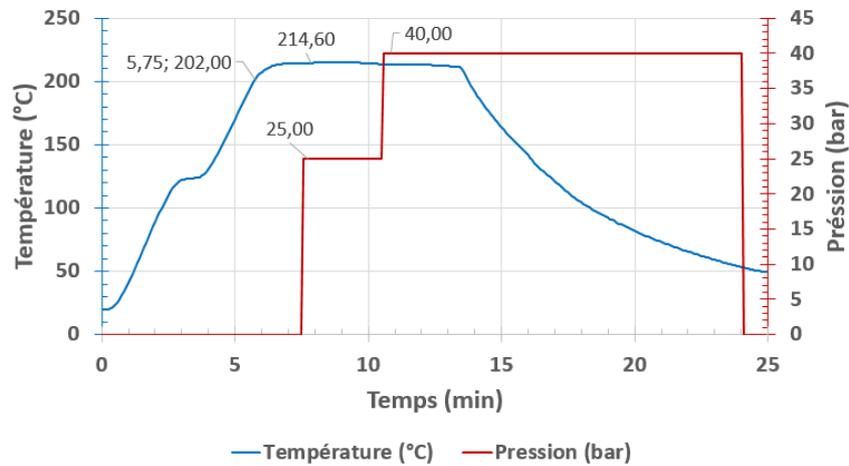


Figure 120 Évolution temporelle de la température et de la pression lors de la fabrication de plaques Basalte/PA11 par thermocompression

Un fluage minime a été constatée, mais de quantité bien inférieure à celle observée avec les rubans de bambou dans les mêmes conditions de mise en œuvre, notamment la pression. Cela suggère que les composites à base de fibres de basalte sont plus simples à imprégner avec le polymère PA11 que ceux composés de rubans de bambou, les fibres étant correctement imprégnées, comme illustré dans la Figure 121.

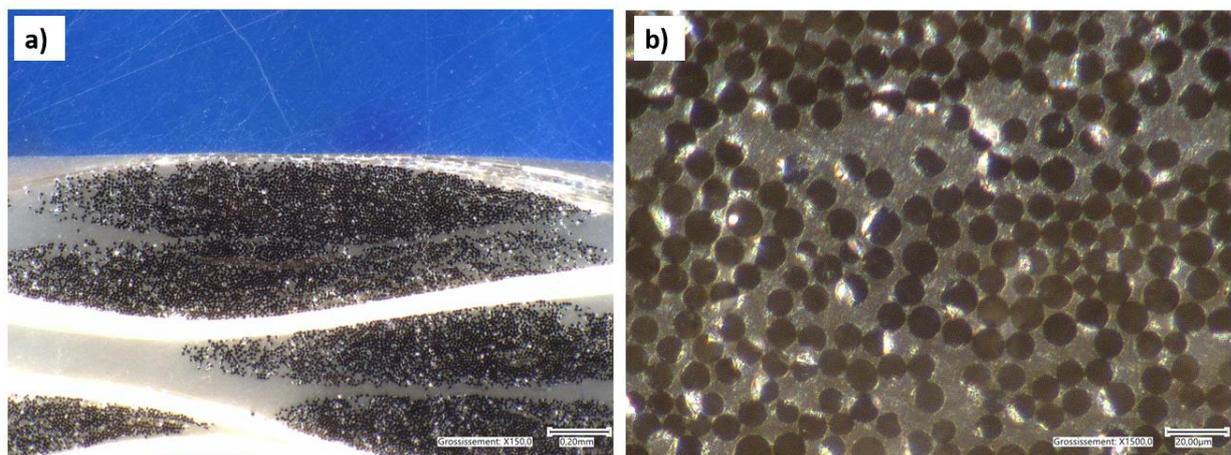


Figure 121 Microstructure d'une plaque Basalte/PA11 ( $0^\circ$ ) révélée par microscopie optique, (a) grossissement x 150, (b) grossissement x 1500

Les taux de fibre des plaques n°1 et n°2 ont été déterminés par dissolution, conformément à la norme I.G.C.04.23.230, en l'absence de données de pesée des différents constituants initiaux et de la masse finale du composite. Les taux volumiques des fibres dans les deux plaques sont identiques, atteignant une valeur de 47%. En revanche, le taux de fibre de la plaque n°4 a été estimé par pesée directe, révélant une valeur plus élevée d'environ 58%. Cette différence peut s'expliquer par le fait que la méthode par dissolution est sujette à une éventuelle sous-estimation du taux,

particulièrement si l'échantillon provient d'une zone moins riche en fibres, soulignant ainsi l'influence de la zone de prélèvement sur la précision de la méthode. De même, la méthode d'estimation par pesée a tendance à surestimer le taux volumique de fibres, car tous les renforts n'ont pas été imprégnés de manière uniforme, notamment sur les bords de la plaque où l'épaisseur du composite est réduite. Par conséquent, le taux volumique réel de ces plaques se situe probablement entre 47% et 58%, avec une valeur moyenne estimée autour de 52-53%.

### III.3. Fabrications des plaques par infusion

Le processus utilisé pour la fabrication des plaques composites avec la résine ELIUM 188 XO repose sur l'infusion à température ambiante. Deux types d'empilements ont été employés : soit 8 renforts orientés à  $0^\circ$  par rapport au sens d'écoulement de la résine, soit 8 renforts disposés en alternance à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , avec une symétrie au milieu de l'empilement et le  $0^\circ$  orienté dans le sens de l'écoulement. Les dimensions des plaques composites, d'environ 300 mm x 300 mm, sont identiques à celles fabriquées par thermocompression. Pour garantir la qualité optimale des plaques composites avec cette résine, certaines précautions sont essentielles. Tout d'abord, l'ajout de 2% de peroxyde est nécessaire, suivi d'un mélange de 2 minutes pour obtenir une homogénéité visuelle. Ensuite, une phase de dégazage préliminaire de 3 à 5 minutes est recommandée pour éliminer les porosités potentielles, en évitant d'atteindre la deuxième phase de dégazage, correspondant à l'évaporation du monomère. Pour assurer une imprégnation complète des renforts par la résine et éviter tout décompactage de la bâche pendant l'infusion, il est impératif de maintenir une pression inférieure à 100 mbar sous celle-ci et de contrôler une vitesse de décompression inférieure à 0,5 mbar/min une fois la pompe à vide arrêtée. Une fois ces conditions remplies, le tuyau d'alimentation de la résine peut être ouvert. Selon les recommandations d'ARKEMA, le passage à -800 mbar pendant l'écoulement est préconisé, suivi de -600 mbar une fois que toutes les fibres sont imprégnées de résine. Enfin, la polymérisation se poursuit pendant 90 minutes à température ambiante, et le processus est conclu par un étuvage à  $80^\circ\text{C}$  pendant 12 heures. Un aperçu du dispositif avec les positions des points d'injection et d'évacuation est proposé sur la Figure 122.



Figure 122 Fabrication par infusion du composite Bambou/ELIUM

Les mêmes paramètres d'infusion ont été maintenus pour toutes les fabrications des composites à base de résine ELIUM indépendamment des types de renforts utilisés et de l'empilement. Ainsi, il n'est pas requis de détailler spécifiquement pour chaque type de renfort les paramètres de mise en œuvre par infusion des différentes plaques composites.

### III.3.1.1. Plaques composites Bambou/ELIUM

En l'absence d'informations initiales sur les taux volumiques des fibres des plaques Bambou/ELIUM après leur fabrication par ARKEMA, une approche alternative a été adoptée pour déterminer ces taux de manière rétrospective. Cette méthode repose sur l'analyse d'images, impliquant une observation préalable des échantillons sous microscope optique pour obtenir des images de haute résolution. Ces images sont ensuite traitées à l'aide du logiciel ImageJ, qui utilise des algorithmes d'analyse d'image, notamment le processus de segmentation. Cette segmentation permet d'isoler et d'identifier les différentes composantes du matériau en fonction de caractéristiques visuelles telles que la couleur, la texture ou la forme.

Dans notre étude, cette analyse d'image a permis de différencier les différentes phases du composite, à savoir les fibres, la matrice et les éventuelles porosités. Comme illustré à la figure 134, quatre phases distinctes ont été identifiées par segmentation : la résine correspond aux pixels rouges, les fibres aux pixels verts, les porosités aux pixels jaunes et le parenchyme aux pixels mauves. Le ruban est constitué de parenchyme, de fibres et de porosité ; les pixels de ces trois phases sont additionnés et ensuite comparés aux pixels de la résine, permettant ainsi de calculer le taux volumique du ruban. Cette démarche a révélé un taux volumique de 75% pour les rubans de bambou, un chiffre significatif. Cependant, l'examen de la microstructure montre que la résine reste principalement confinée entre les rubans, éprouvant des difficultés à pénétrer suffisamment pour garantir une imprégnation complète. Cela explique en partie la prédominance marquée des rubans de bambou par rapport à la quantité de résine visible sur l'image.

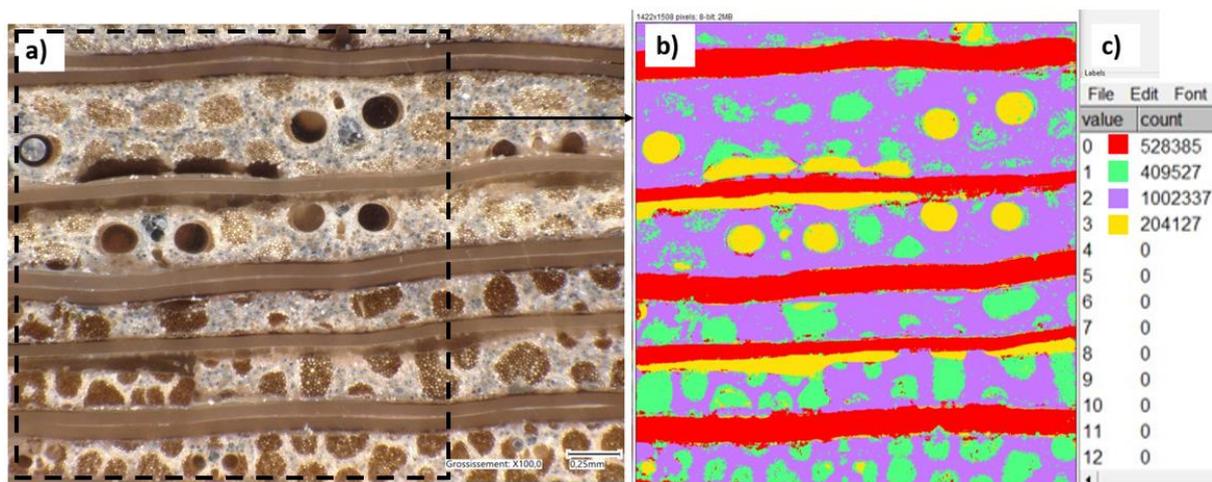


Figure 123 Microstructure d'un composite Bambou/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification des constituants et (c) nombre de pixels correspondants

### III.3.1.2. Plaques composites Lin/ELIUM

La réalisation de quatre plaques composites à base de fibres techniques de lin et de résines ELIUM a nécessité la fabrication de deux configurations distinctes : deux plaques avec 8 plis orientés à 0°

et deux autres avec des plis disposés à un angle de 45°. La mesure du taux volumique de fibre a été effectuée sur une seule plaque à 0°, révélant un pourcentage de 44%.

Afin de valider la méthodologie développée pour les composites Bambou/ELIUM, qui repose sur l'analyse d'image pour estimer le taux de fibre, un échantillon d'une deuxième plaque Lin/ELIUM avec un drapage à 0° a été examiné au microscope électronique et présentée (Figure 124a). Pour le composite lin/ELIUM, trois phases distinctes ont été identifiées : les fibres apparaissent en rouge, la résine en vert et les porosités en mauve (Figure 124b). Une fissure est visible dans la partie inférieure, probablement due au retrait significatif de la résine lors de la polymérisation. Cette approche d'analyse d'image a permis de différencier les phases et de déterminer un taux volumique de fibres de 47%, une valeur proche de celle obtenue par pesée. Ce même taux a été appliqué aux deux dernières plaques composées de plis orientés à [0° 90°], fabriquées de la même manière, en supposant que l'orientation des plis n'influence que très peu le taux volumique de fibres.

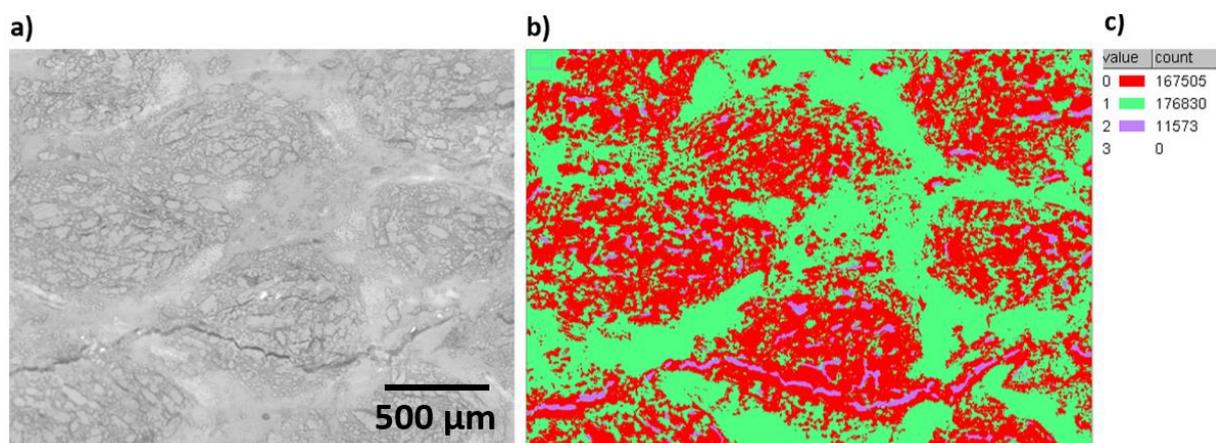


Figure 124 (a) Microstructure d'un composite Lin/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification des constituants et (c) nombre de pixels correspondants

### III.3.1.3. Plaques composites Basalte/ELIUM

Pour les diverses campagnes expérimentales, la fabrication de 4 plaques composites Basalte/ELIUM ont été nécessaires et la fabrication a été réalisée selon deux configurations : les plaques n°1 et n°4 composées de 8 plis à 0°, et les plaques n°2 et n°3 avec des drapages à [0° 90°]<sub>2s</sub>. L'évaluation du taux volumique de la plaque n°1, obtenue par dissolution, a révélé un pourcentage de 52%. En revanche, pour la plaque n°4, constituée de plis basalte/ELIUM, le taux volumique de fibre a été calculé par pesée, affichant 61%. Cependant, cette plaque présente une imprégnation partielle, surtout sur la bordure finale, affectant la mesure du taux volumique qui, corrigée, doit se rapprocher de 52%.

Les deux plaques avec des drapages à 45° ont affiché un taux volumique identique et légèrement inférieur à celui des plaques à 0°, indiquant une imprégnation moins efficace avec ce type de drapage. Cependant, ce taux volumique reste proche de la cible de 50%, mesuré à 47%.

### **Bilan de la Partie III**

Ce chapitre a fourni des informations précises sur les caractéristiques techniques et géométriques des trois renforts utilisés dans la fabrication des plaques composites. Notamment, il a détaillé les sections permettant de convertir les efforts mesurés lors des caractérisations mécaniques des fibres en contraintes, ce qui est crucial pour déterminer des propriétés telles que le module d'élasticité de ces renforts.

Les dispositifs utilisés lors de la fabrication des différentes plaques composites ont été présentés, en mettant l'accent sur le pilote EDyCO pour les fabrications par thermocompression et les caractéristiques du dispositif d'infusion permettant la réalisation des plaques avec la résine ELIUM 188 XO. Les paramètres appliqués lors des fabrications par thermocompression et par infusion ont été détaillés, offrant ainsi une vue complète et précise des méthodes et matériaux utilisés dans les recherches. Ce chapitre a mis en lumière la complexité de mise en œuvre par thermocompression des composites à fibre naturelle avec le polymère PA11, ainsi que les défis posés par le fluage du polymère. Cela a nécessité un ajustement des paramètres du pilote EDyCO afin de minimiser ce problème, notamment avec les rubans de bambou qui se révèlent plus complexes à bien imprégner.

Les taux volumiques de fibres atteints lors de la réalisation des diverses plaques composites ont également été exposés, offrant une vue complète sur les propriétés des matériaux fabriqués. En l'absence d'informations de pesée des constituants avant fabrication, une approche alternative a été adoptée pour déterminer ces taux de manière rétrospective, basée sur l'analyse d'images. Cette méthode implique l'observation préalable des échantillons sous microscope optique, suivie du traitement des images à l'aide du logiciel ImageJ. Ce dernier utilise des algorithmes de segmentation permettant d'isoler et d'identifier les différentes composantes du matériau en fonction de caractéristiques visuelles telles que la couleur, la texture ou la forme.

## Partie IV. Caractérisations statiques et quasi-statiques

Ce chapitre explore les caractéristiques mécaniques de nos matériaux tels que les polymères purs, les fibres sèches, et les composites avec des drapages à  $0^\circ$  ou à  $45^\circ$ , en les soumettant à des essais statiques et quasi statiques, à des vitesses de 1 mm/min pour les essais statiques et d'environ 100 mm/min pour les essais quasi statiques. Ces résultats serviront de référence pour quantifier, lors des essais dynamiques, l'impact de la vitesse de déformation sur les polymères, les fibres, et les composites. De plus ce chapitre examine si l'application de la loi des mélanges avec les résultats des essais statiques sur les composants individuels est efficace pour prédire le comportement des composites associant fibres naturelles et résines thermoplastiques.

### IV.1. Polymères purs

Les essais de caractérisation des polymères purs ont été conduits en utilisant une machine électromécanique INSTRON 4466 dont la capacité d'effort maximal atteint 10 kN (Figure 125). Ces essais ont été réalisés à température ambiante, avec une fréquence d'acquisition du capteur d'effort établie à 10 Hz. Pour étudier l'allongement des éprouvettes pendant les essais de caractérisation, des extensomètres virtuels ont été employés, suivis optiquement à l'aide de caméras. La fréquence de génération des images a été fixée à 1 image/s pour les essais statiques, et initialement à 1 image/ms pour les essais quasi statiques menés à des vitesses de 100 mm/min ou 200 mm/min. Cependant, l'utilisation d'une caméra conventionnelle a révélé un nombre d'images exploitable insuffisant pour obtenir des résultats précis lors des essais à plus grande vitesse, en particulier sur le début des courbes. Afin de surmonter cette limitation, l'adoption de caméras rapides s'est avérée être la solution privilégiée pour les essais quasi statiques, permettant ainsi d'obtenir une résolution temporelle plus fine et des données plus détaillées.

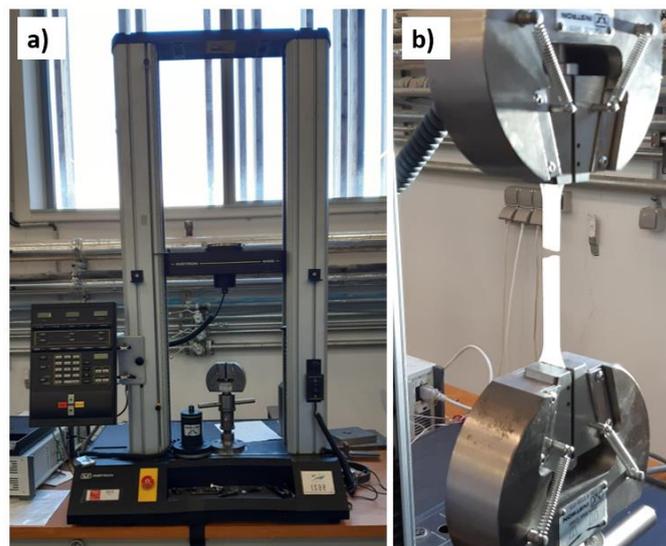


Figure 125 (a) Machine d'essai INSTRON 4466, (b) zoom sur les mâchoires avec une éprouvette rompue d'ELIUM

Les éprouvettes, présentées de manière détaillée sur la Figure 126, sont confectionnées conformément à la norme ISO527, spécifiquement élaborée pour la détermination des propriétés en traction des plastiques et des composites en plastique. Les spécimens d'ELIUM ont une

épaisseur moyenne variant entre 2 mm et 2.40 mm en fonction de la zone de prélèvement spécifique. En parallèle, les éprouvettes de PA11 ont par une épaisseur d'environ 2.10 mm.

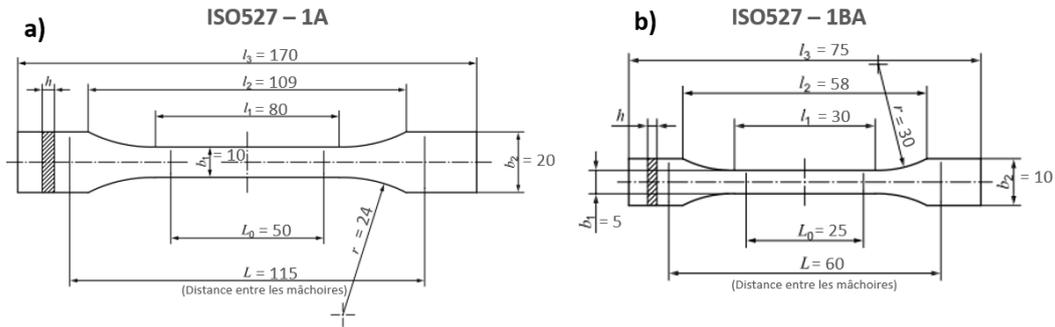


Figure 126 Eprouvettes de caractérisations des polymères purs, (a) ISO527-1A et (b) ISO527-1BA

#### IV.1.1. Le Polyamide 11 (PA11)

L'étude de la caractérisation du polymère PA11 repose sur l'utilisation d'éprouvettes de type ISO527-1BA de longueur de jauge 10 mm. Quatre éprouvettes ont été soumises à des vitesses de sollicitation de 1 mm/min, représentées les courbes bleues sur la Figure 127, tandis que quatre autres éprouvettes ont été testées à 100 mm/min, sont illustrées par les courbes orange. Des analyses ont également été menées à une vitesse intermédiaire de 10 mm/min, symbolisées par les courbes vertes, bien que seulement deux éprouvettes aient été utilisées, car les courbes correspondantes étaient pratiquement superposées. Les courbes de comportement observées se caractérisent nettement par leur nature élastoviscoplastique. Les résultats révèlent une faible augmentation du module d'Young avec l'augmentation des vitesses de sollicitation, en cohérence avec les observations effectuées lors des travaux de superposition temps-température et des balayages en fréquence sur les éprouvettes DMA de PA11 purs (V.2.2.1). La partie élastique présente peu d'évolution avec l'augmentation des vitesses de sollicitation, tandis que la partie plastique se révèle sensiblement influencée par la vitesse de déformation. En effet, on observe une augmentation significative des contraintes d'écoulement et de la limite d'élasticité, ainsi qu'une diminution des déformations à la rupture lorsque la vitesse de déformation augmente dans le matériau. Ces observations s'alignent clairement sur les travaux antérieurs menés sur les polyamides. Le module d'Young mesuré pour des vitesses de 1 mm/min se situe autour de 1400 MPa, et montre une évolution limitée à 10 mm/min, alors que des oscillations sont observées dans la partie élastique lors des essais à 100 mm/min, rendant délicate une lecture précise du module d'élasticité. Il est pertinent de noter une certaine dispersion sur les déformations maximales des éprouvettes sollicitées à la même vitesse. En effet, la complexité de la fabrication des éprouvettes à partir des films de PA11 a conduit à la présence de nombreuses porosités, pouvant expliquer l'apparition de ruptures prématurées dans certains cas. Ces observations soulignent l'importance d'une approche rigoureuse dans la conception et la réalisation des éprouvettes pour garantir des résultats précis et fiables.

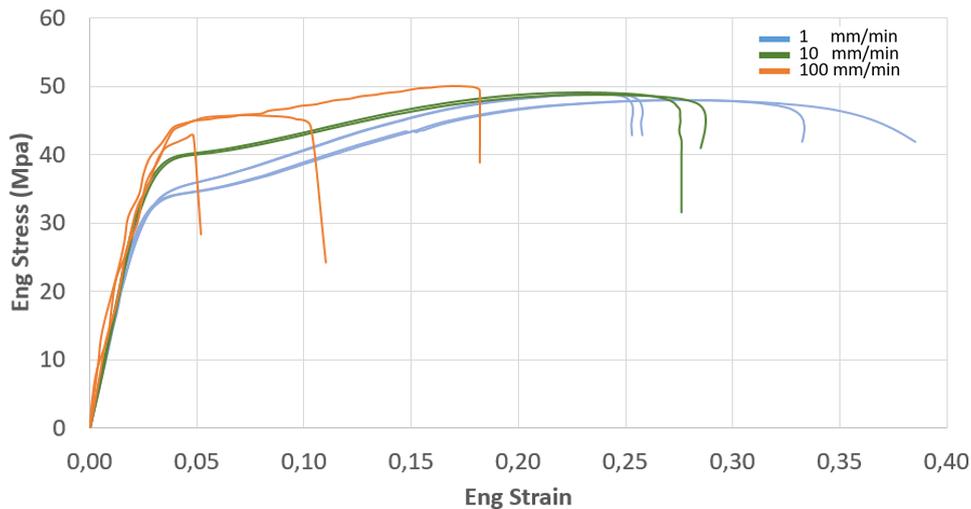


Figure 127 Courbes contraintes - déformations du polymère PA11 pur pour des vitesses de déformations théoriques de  $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

#### IV.1.2. L'ELIUM 188 XO

Nous avons évalué les propriétés mécaniques de la résine ELIUM sous des conditions statiques à une vitesse de 2 mm/min et quasi statiques à 200 mm/min, chacune avec quatre éprouvettes de type ISO527-1A ( $L_0=50\text{mm}$ ) pour garantir une robustesse statistique. Les résultats révèlent une bonne reproductibilité des courbes obtenues. Dans cette étude, la mesure du module d'Young entre 0 et 10 MPa revêt une importance particulière, justifiée par les travaux préalables de Chilali [39]. Ces recherches ont identifié la limite élastique de l'ELIUM à environ 8 MPa, incitant ainsi notre choix de plage de mesure spécifique. Comme le montre la Figure 128, en statique, le module d'Young oscille entre 2920 MPa et 3190 MPa, démontrant une légère dispersion sur les courbes. En quasi statique, une augmentation du module d'Young est observée en atteignant 3230 MPa, correspondant à une hausse de l'ordre de 4% à 11%. Ces observations diffèrent sensiblement des résultats obtenus par la technique DMA suggèrent une augmentation bien plus substantielle du module élastique, entre 22% et 27%, au sein des deux premières décades de vitesse de déformation (V.2.2.2). La comparaison souligne une plus grande complexité d'analyse du module lors de la caractérisation conventionnelle où les courbes se superposent, rendant difficile la quantification des écarts. En contraste, la DMA se révèle plus pertinente dans cette gamme de vitesses, offrant ainsi une alternative potentiellement préférable pour obtenir des informations plus détaillées. Un point important à noter est l'évolution du comportement de la résine ELIUM en fonction de la vitesse de sollicitation. Avec l'augmentation de la vitesse, le module d'Young croît, accompagné d'un passage vers un comportement élastique fragile. Une observation particulièrement intéressante est la quasi-linéarité de la courbe contrainte-déformation à 200 mm/min, illustrant un comportement presque parfaitement linéaire avec un module de 3083 MPa, tandis que les courbes à 2 mm/min dévoilent une non-linéarité plus marquée avec un changement de pente après 10 MPa. La déformation maximale présente également une tendance à diminuer avec l'accroissement de la vitesse de déformation, un phénomène caractéristique de certaines résines amorphes telles que le PMMA. La déformation à la rupture est comprise entre 1.96% et 2.05% en statique alors qu'elle oscille autour de 1.7% en quasi statique.

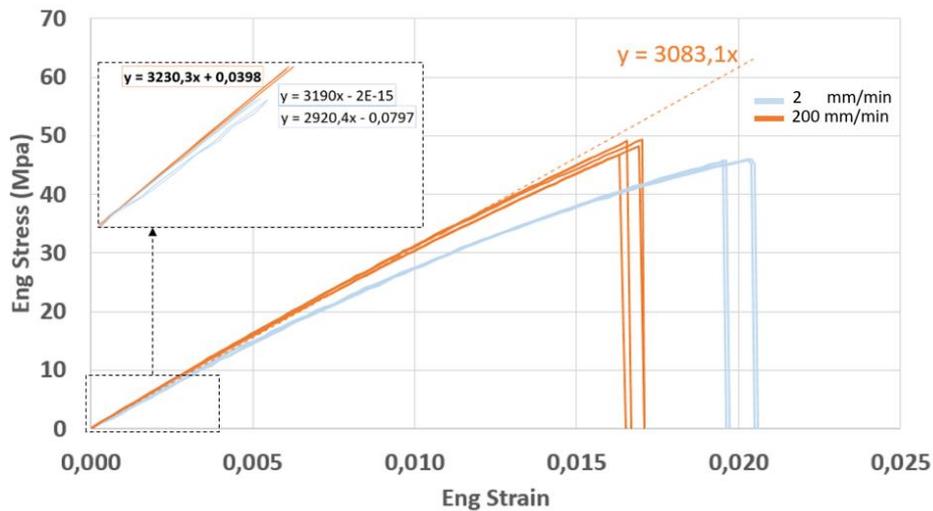


Figure 128 Courbes contraintes - déformations de la résine ELIUM 188 XO pure pour des vitesses de déformations théoriques de  $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

## IV.2. Fibres sèches

Les renforts secs ont été sollicités en traction sur la machine électromécanique INSTRON 4466 d'une capacité de 10 kN, en suivant la même méthodologie que celle appliquée aux polymères purs pour surveiller l'élongation des échantillons. Cette méthode implique l'utilisation de caméras qui suivent des repères placés sur l'éprouvette, permettant ainsi de tracer l'allongement de ces extensomètres virtuels. Deux types de campagnes expérimentales ont été menées pour chaque type de renfort. La première campagne était de nature statique, avec des vitesses de déplacement de traverse comprises entre 1 mm/min et 2 mm/min. La seconde campagne était quasi statique, avec des vitesses de sollicitation variant entre 100 mm/min et 200 mm/min. Les vitesses de déformation engendrées seront de l'ordre de  $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  lors des essais statiques et de  $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  pour les essais quasi-statiques, offrant ainsi la possibilité d'effectuer une analyse sur deux décades de vitesses de déformation. Il n'existe pas de norme spécifique pour caractériser les renforts secs dans de telles conditions et sur ce type de machine de traction. Par conséquent, les dimensions des éprouvettes sont choisies de manière à être également compatibles avec les dispositifs de caractérisation dynamique qui seront utilisés ultérieurement dans nos travaux.

### IV.2.1. Les rubans de bambou

Les éprouvettes de ruban de bambou sont conçues en découpant les rubans de bambou à une longueur de 85 mm. Ensuite, des talons composés de plis de fibres de verre orientées à  $\pm 45^\circ$ , mesurant 25 mm de longueur et 10 mm de largeur, sont collés aux extrémités des rubans de bambou à l'aide d'un adhésif époxy ARALDITE 2012. Cette technique est employée non seulement pour assurer une meilleure adhérence dans les mâchoires, mais aussi pour éviter d'endommager les rubans de bambou lors du serrage. Les éprouvettes ainsi créées sont illustrées sur la Figure 129, avec une longueur de jauge représentée par les traits espacés de 20 mm.

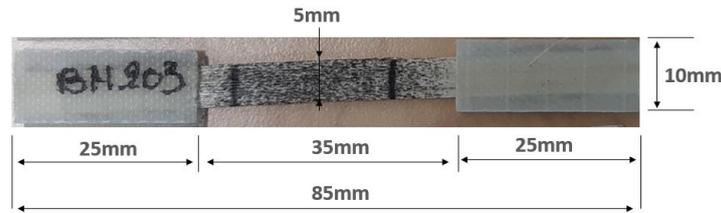


Figure 129 Dimension des éprouvettes de caractérisation statique et quasi statique des rubans de bambou

Les éprouvettes de caractérisation statique du bambou, soumises à une vitesse de 1 mm/min, ont été prélevées sur deux lots de matières distincts mais ayant théoriquement des caractéristiques proches. Un total de 6 éprouvettes a été extrait du premier lot de matière, représentées par les courbes rouges, tandis que 4 autres éprouvettes ont été prélevées sur le deuxième lot de matière, illustrées par les courbes noires. Les courbes contraintes-déformations résultant des essais de traction sont présentées sur la Figure 130. Une disparité significative est observée dans les comportements des rubans de bambou, même au sein d'un même lot, avec des modules d'Young mesurés variant entre 6867 MPa et 16965 MPa. Ces différences substantielles compliquent l'établissement d'une valeur de référence statique, indiquant ainsi des disparités notables en termes de propriétés mécaniques. Les rubans de bambou démontrent une diversité significative non seulement dans le module d'Young, mais également dans les contraintes à la rupture, qui varient de 91 MPa à 326 MPa, et dans la déformation maximale, présentant des valeurs comprises entre 1.2% et 2.24%. Les courbes de tendance tracées sur la Figure 130 mettent en évidence un comportement linéaire marqué lors de sollicitations statiques, les rubans de bambou ont clairement des courbes de types élastiques fragiles.

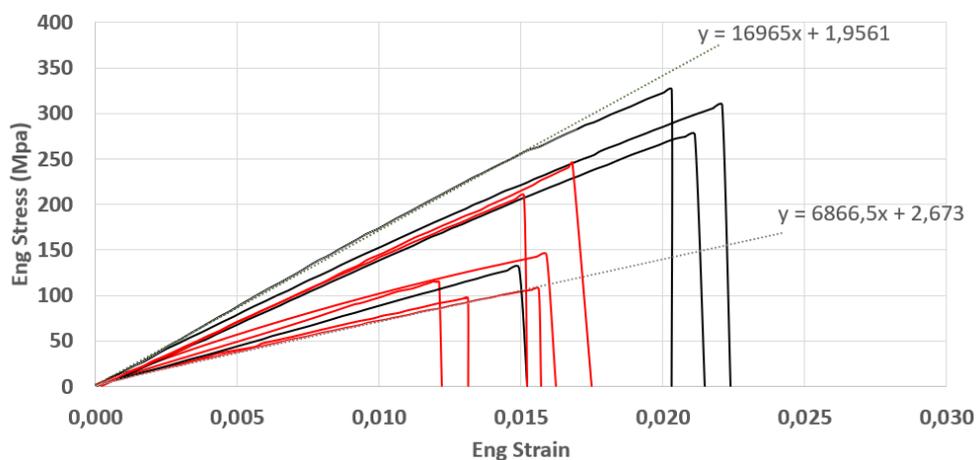


Figure 130 Courbes contraintes - déformations des rubans de bambous à 1 mm/min sur deux lots matières distincts

Une seconde étude de sensibilité a été entreprise sur le deuxième lot de matière en réalisant une campagne expérimentale supplémentaire à une vitesse de sollicitation de 100 mm/min. Les résultats sont présentés sur la Figure 131, où les courbes bleues correspondent à la caractérisation statique à 1 mm/min du second lot, et les courbes orange représentent les résultats de la caractérisation du même lot à 100 mm/min. Une fois de plus, une grande variation des résultats au sein d'un même lot et à une même vitesse est observée, rendant l'interprétation de l'influence de la vitesse très délicate sur ces deux premières décades. Les contraintes à la rupture pour cet ensemble

de rubans se situent entre 130 MPa et 325 MPa en conditions statiques, et entre 125 MPa et 310 MPa en conditions quasi-statiques. Les variations des contraintes maximales des rubans de bambou sont donc comparables pour ces deux vitesses de sollicitation, tout comme les déformations maximales, qui évoluent environ entre 1,5 % et 2,2 % pour ces deux vitesses de sollicitations.

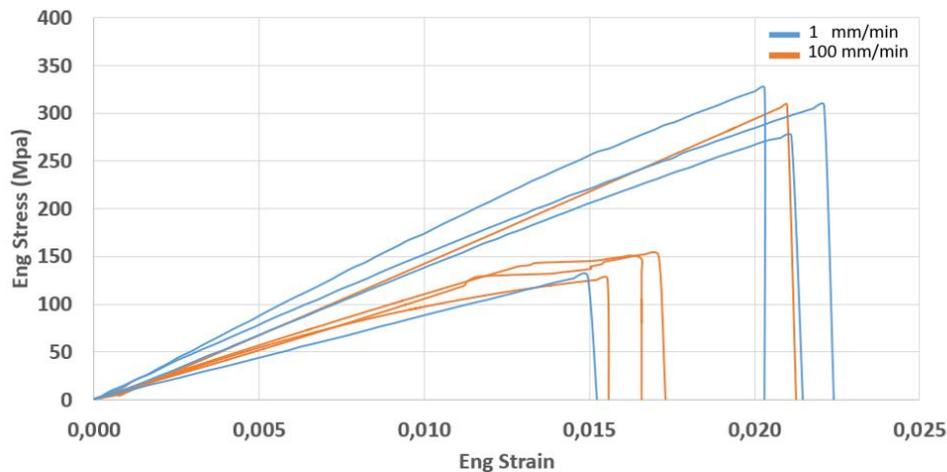


Figure 131 Courbes contraintes - déformations des rubans de bambous à 1 et 100 mm/min sur le lot matière n°2

Suite à l'analyse de ces essais de caractérisation statique des rubans de bambou, il se révèle complexe de déterminer un module d'élasticité fiable. Richmond et al. [28] ont entrepris une campagne expérimentale de caractérisation statique sur près d'une centaine d'échantillons provenant du même fournisseur, COBRATEX, offrant ainsi une vision plus assurée grâce au grand nombre d'échantillons testés. La valeur moyenne obtenue au cours de leurs travaux s'élève à 10000 MPa, cohérente tant avec nos courbes de traction qu'avec l'estimation du module d'élasticité réalisée par DMA, présentée dans le paragraphe V.3.2.1, évaluant ce module à 8231 MPa. Cette valeur s'aligne également de manière cohérente avec nos caractérisations mécaniques conventionnelles ainsi qu'avec les résultats de Richmond. Ainsi, la valeur référence en statique du module d'Young des rubans de bambou sera établie à 10000 MPa pour la suite de nos travaux.

Il est important ici de tenter d'apporter des éléments de réponse à la variabilité significative des rigidités observée dans nos rubans de bambou. Pour rappel, les rubans de bambou sont principalement constitués de fibres, de parenchyme et de porosités. Selon Liese [160], en moyenne, un ruban de bambou se compose d'environ 50 % de parenchyme, 40 % de fibres et 10 % de cellules conductrices correspondant aux porosités, les autres tissus étant négligeables. Cependant, la distribution des fibres dans la section du bambou n'est pas homogène [27], et ces proportions sont donc sujettes à des variations qui peuvent être significatives. On peut ainsi considérer le ruban de bambou comme un composite dont le module d'élasticité longitudinal  $E_l$  peut être estimée à l'aide d'une simple loi des mélanges, formulée comme suit :

$$E_l = E_f V_f + E_{pa}(1 - V_f - V_p), \text{ avec } V_f + V_{pa} + V_p = 1$$

Où  $E_f$ ,  $V_f$ ,  $E_{pa}$ ,  $V_{pa}$  et  $V_p$  représentent respectivement le module d'élasticité des fibres, le taux volumique de fibre, le module d'élasticité du parenchyme, le taux volumique de parenchyme et le taux volumique de porosité.

Afin de pouvoir estimer le module d'élasticité longitudinal du ruban de bambou, il est primordial de connaître les propriétés mécaniques des deux principaux constituants : les fibres et le parenchyme. Lods et al. [26] ont caractérisé des fibres de bambou extraites de rubans issus de bambou *Phyllostachys viridiglaucescens*, une variété similaire à celle utilisée par Richmond [28]. Les rubans sont plongés dans l'eau pour provoquer leur gonflement jusqu'à submersion, puis, après extraction, ils sont laminés. Le bambou est ensuite immergé dans une solution alcaline à 1% de soude pendant 2 heures à 70°C sous agitation. Il est lavé à l'eau distillée pour neutraliser le pH et éliminer les résidus, avant d'être à nouveau laminé. Enfin, les fibres sont extraites par peignage, avec un diamètre moyen d'environ 400 microns. À température ambiante, le module de conservation est estimé à environ 31 000 MPa, une valeur cohérente avec les études de traction statique réalisées au sein du laboratoire, où le module de Young moyen est de 26 GPa. Cependant, le comportement du parenchyme de bambou est moins bien étudié ; les recherches sur les propriétés du parenchyme se limitent généralement à des mesures par nano indentation [162], [163], [164]. Néanmoins, Dixon et al. [161] ont mené des travaux sur le bambou *Phyllostachys Pubescens*. En se basant sur les variations microstructurales observées au microscope électronique à balayage et sur les caractérisations mécaniques des propriétés des parois cellulaires du bambou, ils ont développé des modèles décrivant bien les résultats expérimentaux. Leur estimation du module de Young du parenchyme est de 1930 MPa. La connaissance de la microstructure des rubans de bambou est un autre élément clé pour comprendre le comportement mécanique et les variations observées sur le module longitudinal des rubans. Pour observer plus précisément la composition des rubans de bambou, il est pertinent de se référer aux observations effectuées au microscope optique. Malheureusement, une seule observation est disponible sur les rubans secs de bambou avant la mise en œuvre des plaques composites, rendant impossible les comparaisons sur plusieurs rubans secs. Étant donné que tous les rubans sont déjà utilisés, il est préférable d'observer les rubans sur un prélèvement effectué sur une plaque avec 8 plis unidirectionnels de renfort de bambou et de résine ELIUM, dont la microstructure est présentée sur la Figure 132. Le choix de cette plaque, plutôt qu'une plaque à base de renfort de bambou et de polymère PA11, se justifie par le procédé d'infusion à température ambiante qui ne dégrade pas les rubans en modifiant la proportion de porosité, de parenchyme et de fibre sous l'effet de températures et de pressions plus élevées, comme c'est le cas avec la thermocompression.



Figure 132 Microstructure d'un composite Bambou/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique et localisation des rubans étudiés

Deux rubans distincts ont été analysés. Ces deux rubans ont été choisis car, à l'œil nu, ils semblent avoir une composition différente en termes de proportion entre les fibres et le parenchyme.

L'analyse d'image réalisée à l'aide du logiciel ImageJ et de sa méthode de segmentation a permis de différencier quatre phases distinctes dans les rubans : le parenchyme, représenté par les pixels rouges ; les fibres, représentées par les pixels verts ; la résine d'enrobage ou les porosités, représentées par les pixels mauves ; et enfin la résine ELIUM, représentée par les pixels jaunes. Les différentes phases et le nombre de pixels correspondants sont présentés sur la Figure 133. Étant conscient que cette approche présente quelques approximations quant à l'identification précise des phases, elle permet néanmoins de dégager des tendances sur le lien entre la composition du ruban de bambou et son module d'élasticité. Selon les identifications des différentes phases, le ruban 1 est composé d'environ 47 % de parenchyme et de 53 % de fibres, les porosités étant négligeables dans cette section, tout comme la proportion de résine ELIUM qui n'a pas ou peu imprégné l'intérieur de ce ruban. Le ruban 2 présente une proportion plus importante de parenchyme, avec environ 65 %, 30 % de fibres et environ 5 % de porosité.

En utilisant la loi des mélanges et les valeurs de module de Young mentionnées précédemment, soit 26 000 MPa pour les fibres et 1930 MPa pour le parenchyme, on obtient un module longitudinal de 13 243 MPa pour le ruban 1 et de 9 055 MPa pour le ruban 2. Ces valeurs se situent bien entre les valeurs maximales de 16 965 MPa et minimales de 6 866 MPa issues des caractérisations statiques présentées en Figure 130, mettant ainsi en évidence la différence significative du ratio fibre/parenchyme entre les rubans et son influence sur le module longitudinal.

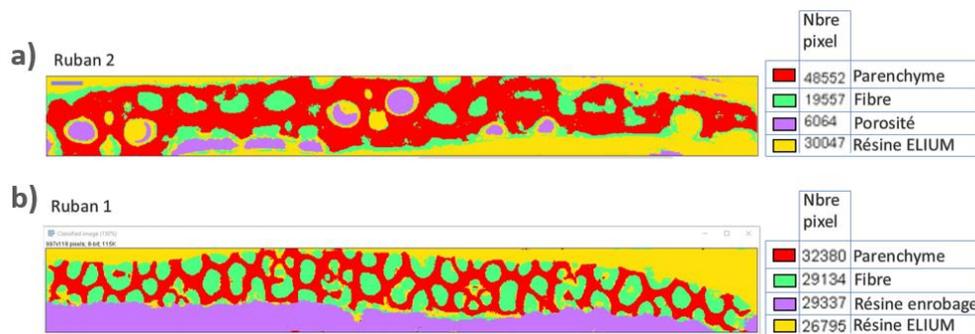


Figure 133 Identification des constituants du bambou par analyses d'images, (a) ruban 2 et (b) ruban 1

#### IV.2.2. Les fibres techniques de lin

Les éprouvettes destinées à la caractérisation des fibres techniques de lin sont directement prélevées du rouleau unidirectionnel de renforts. Elles sont ensuite positionnées entre les talons de fibres de verre pour garantir au maximum un alignement optimal des fibres, assurant ainsi une sollicitation uniforme lors des essais. Chaque éprouvette est constituée de 5 fibres techniques de lin d'une longueur de 90 mm, avec des dimensions spécifiques détaillées sur la Figure 134. La longueur initiale de l'extensomètre virtuel, notée  $L_0$ , est de 20 mm.

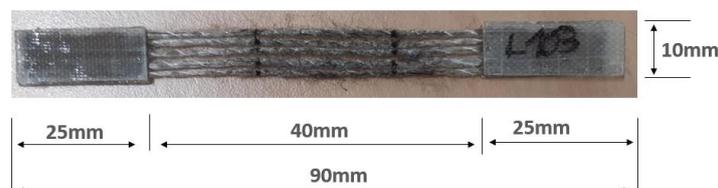


Figure 134 Dimension des éprouvettes de caractérisation statique et quasi statique des fibres techniques de lin

Lors des essais de traction, quatre éprouvettes ont été testées à une vitesse de 1 mm/min, tandis que quatre autres ont été soumises à une vitesse de 100 mm/min, toutes provenant du même lot de matière. Les résultats de ces essais sont présentés sur la Figure 135. À la vitesse statique de 1 mm/min, une bonne reproductibilité des courbes a été observée, tant au niveau de la forme des courbes que des pentes enregistrées. Le module d'Young est évalué dans la région linéaire des courbes contrainte-déformation, une non-linéarité initiale est observable, résultant du désenroulement des fibres techniques et de leur alignement le long de l'axe de sollicitation de la machine. La mesure du module d'élasticité présente alors une variation comprise entre 10186 MPa et 13830 MPa. Cependant, à une vitesse plus élevée de 100 mm/min, une dispersion plus notable des courbes est observée, en particulier en ce qui concerne les modules d'élasticité. Les courbes présentent une pente tendant à diminuer par rapport aux essais à 1 mm/min, confirmant ainsi les observations et prédictions effectuées lors des analyses DMA sur la variation du module de conservation (V.3.2.2). Les modules d'élasticité mesurés dans la première partie linéaire se situent entre 7822 MPa et 12748 MPa, indiquant une décroissance potentielle du module élastique des fibres de lin sur cette plage de sollicitation. Les contraintes à la rupture et les déformations maximales augmentent lorsque la vitesse de chargement est plus élevée, ces tendances seront à confirmer lors des essais dynamiques sur tour de chute. Un point important concerne le comportement des courbes contrainte-déformation des fibres techniques de lin, particulièrement au-delà de la contrainte maximale. En effet, on remarque une décroissance relativement graduelle de la contrainte après avoir atteint la contrainte maximale, suggérant la présence de mécanismes d'endommagement progressif. Ainsi, contrairement aux rubans de bambou, les fibres de lin ne manifestent pas un comportement fragile, ce qui revêt un intérêt significatif en termes d'absorption d'énergie.

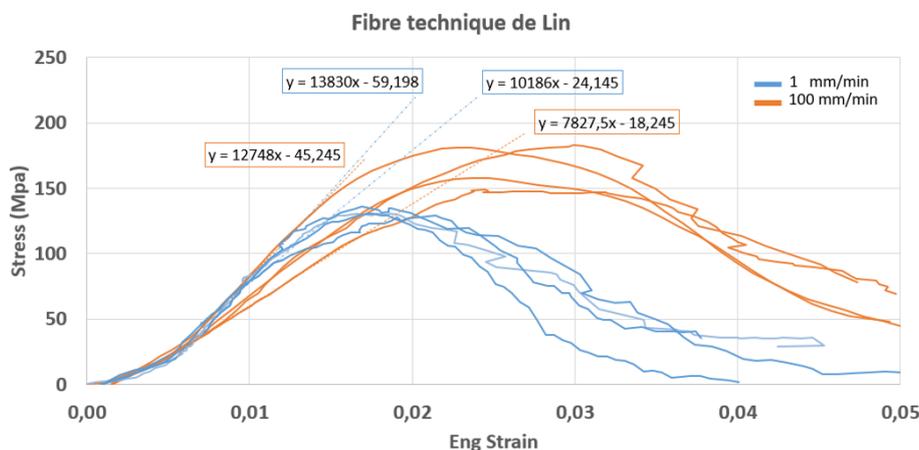


Figure 135 Courbes contraintes - déformations des fibres techniques de lin à 1 et 100 mm/min

#### IV.2.3. Les fibres techniques de basaltes

Les spécimens destinés à la caractérisation des fibres techniques de basalte sont conçus de manière similaire à ceux utilisés pour les essais sur les fibres techniques de lin. Plus précisément, les éprouvettes sont élaborées à partir de 5 fibres techniques de FILAVA™ découpées à une longueur de 90 mm à partir d'un rouleau unidirectionnel de basalte, comme illustré dans la Figure 136. Des talons de fibres de verre, mesurant 25 mm de longueur et 10 mm de largeur, sont également utilisés

pour assurer une meilleure fixation dans les mors et pour induire les ruptures dans la partie active de l'éprouvette, où la longueur de l'extensomètre virtuel est également fixée à 20 mm.

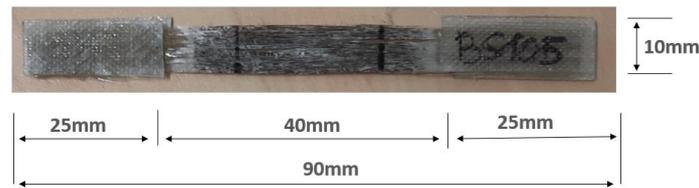


Figure 136 Dimension des éprouvettes de caractérisation statique et quasi statique des fibres techniques de basalte

Les échantillons de fibres techniques de basalte ont été soumis à des sollicitations sur le dispositif de caractérisation, avec des vitesses respectives de 1 mm/min pour la caractérisation statique (courbes bleues) et de 200 mm/min pour les analyses quasi-statiques (courbes oranges). Trois éprouvettes ont été utilisées pour chaque vitesse de chargement. La Figure 137 met en évidence la reproductibilité des essais en termes de courbes de comportement pour les deux vitesses de chargement, témoignant de la bonne reproductibilité des propriétés mécaniques des fibres minérales et soulignant la maîtrise de leur fabrication ainsi que celle des éprouvettes. Contrairement aux fibres végétales testées précédemment, les fibres de basalte présentent une bonne uniformité des propriétés mécaniques, avec une partie non linéaire attribuable à l'alignement des fibres unitaires de basalte. Peu de sensibilité est observée dans cette plage de vitesse de déformation, aussi bien pour le module d'Young que pour les contraintes maximales et les déformations à la rupture. Les modules d'élasticité mesurés dans la partie linéaire des courbes se situent entre 71586 MPa et 89009 MPa pour les essais statiques, et entre 73329 MPa et 87635 MPa pour les essais quasi-statiques, des valeurs comparables au module d'élasticité théorique de 90000 MPa fourni par le fabricant de fibres. Les contraintes à la rupture, autour de 1400 Mpa sont proches des mesures de Zhu et al [58], mais demeurent en deçà des 3400 MPa indiqués dans la fiche technique du matériau, tandis que les déformations maximales varient entre 2.3% et 2.8%, comparées à une valeur théorique de 2.4%. L'observation de l'allure des courbes de comportement indiquent que les fibres techniques de basaltes ont un comportement de type élastique fragile.

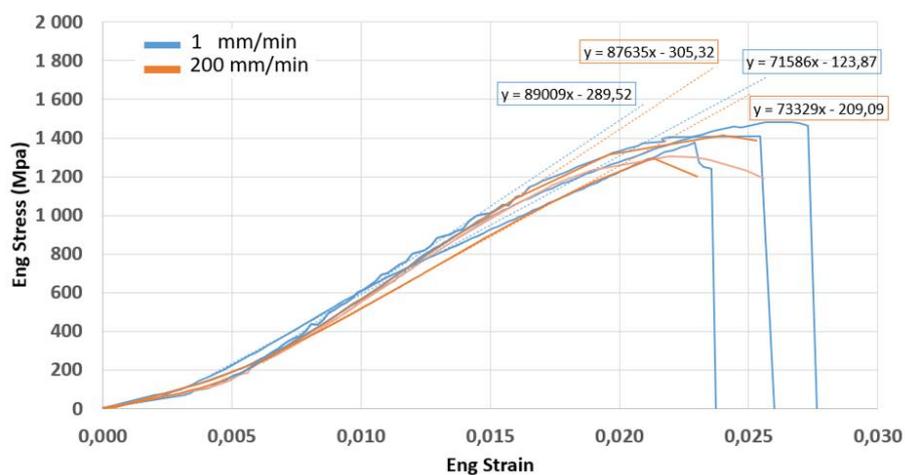


Figure 137 Courbes contraintes - déformations des fibres techniques de basalte à 1 et 200 mm/min

### IV.3. Composites

Dans le prolongement de l'étude, la phase suivante consiste à fusionner les polymères et les renforts secs dans la création de matériaux composites. Après avoir caractérisé individuellement ces composants, la démarche s'est orientée vers la réalisation de tests à l'échelle des matériaux composites. Ces essais ont été réalisés sur une machine électromécanique INSTRON 8862 (Figure 138), dotée d'une capacité maximale de charge de 100 KN. L'observation des allongements des éprouvettes a été réalisée avec une approche similaire à celle utilisée pour la caractérisation des constituants. En effet, chaque éprouvette a été marquée de repères spécifiques, permettant leur suivi à l'aide d'une caméra, instaurant ainsi un extensomètre virtuel. L'espace entre les repères, fixé à 50 mm, équivaut au L0 de l'extensomètre.



Figure 138 Machine d'essai INSTRON 8862 avec une éprouvette composite 8 plis 0° de Lin/PA11

Les essais réalisés entreprises pour caractériser les composites à 0° et ceux constitués de plis à 45° ont été alignées sur les normes établies, respectivement la norme EN2561 et la norme AITM 1-0002. Les dimensions précises des éprouvettes sont représentées dans la Figure 139. L'approche expérimentale englobe deux gammes de vitesses de sollicitations distinctes. Une première série d'essais statiques sera conduite à une vitesse de 2 mm/min, tandis qu'une seconde série d'essais quasi statiques sera réalisée à des vitesses de sollicitations plus élevées, atteignant les valeurs de 300 mm/min. L'ordre de grandeur des vitesses de déformation atteintes se chiffrent à de  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour les essais statiques, et à  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  pour les essais quasi-statiques.

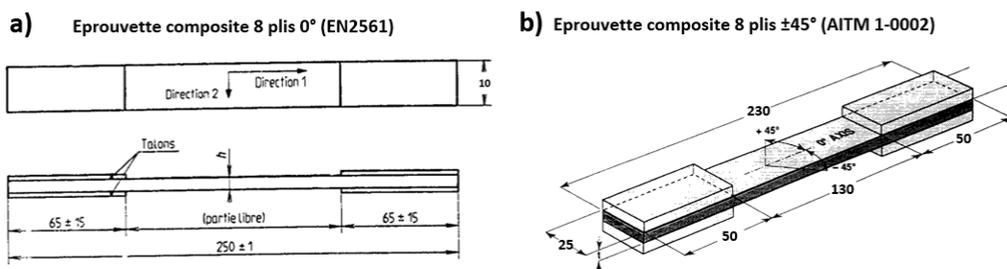


Figure 139 Dimensions des éprouvettes de caractérisation des composites, (a) stratifié à 0° et (b) stratifiés à ±45°

### IV.3.1. Composites 8 plis à 0°

#### IV.3.1.1. Composites renforcés de ruban de bambou

Les échantillons de composites bambou/ELIUM, en raison de la largeur des rubans de 5 mm, ont nécessité une adaptation dimensionnelle par rapport à la norme ISO2561. Pour assurer une reproductibilité optimale des propriétés mesurées lors des essais, la largeur des éprouvettes a été étendue de 10 mm à 20 mm, permettant ainsi l'introduction de 4 rubans dans la largeur des éprouvettes, tandis que la longueur reste inchangée conformément à la norme, à 250 mm. Tout comme lors des essais sur les rubans, une disparité est observée dans les propriétés mesurées, qu'il s'agisse des modules d'élasticité, des contraintes à la rupture ou des déformations maximales, et ce, pour les deux gammes de vitesses, bien que cette disparité semble plus prononcée à 300 mm/min (Figure 140). Dans les essais statiques, les modules d'Young varient entre 9440 MPa et 10051 MPa, avec une valeur moyenne de 9680 MPa pour les trois échantillons. Les contraintes maximales oscillent entre 95 MPa et 125 MPa, tandis que les déformations à la rupture se chiffrent entre 1,3% et 1,6%. En quasi statique, le module d'Young moyen estimé à partir des quatre éprouvettes s'élève à 10941 MPa, représentant une augmentation d'environ 13%. À cette vitesse, les contraintes maximales ont sensiblement augmenté, variant de 133 MPa à 162 MPa, tout en maintenant des niveaux de déformation similaires à ceux mesurés à 2 mm/min, situés entre 1,2% et 1,6%.

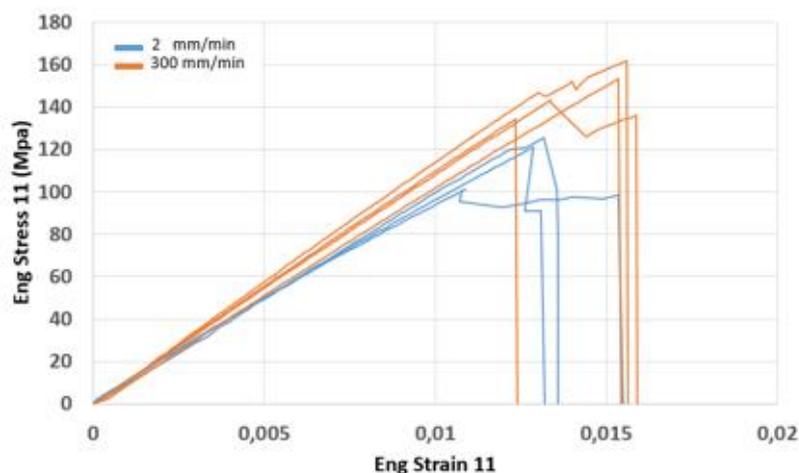


Figure 140 Courbes contraintes - déformations de composites bambou/ELIUM (8 plis 0°) à 2 et 300 mm/min

Les éprouvettes composées de bambou/PA11 ont également été ajustées à une largeur de 20 mm, pour des raisons similaires à celles précédemment expliquées, avec 4 éprouvettes prélevées dans la plaque n°1 ont été utilisées pour les essais statiques et 2 pour les essais quasi statiques. Une variation assez marquée se distingue sur les courbes de comportement mesurées à une vitesse de 2 mm/min, principalement au niveau des modules d'Young (Figure 141). À cette vitesse, les modules d'Young oscillent entre 15889 MPa et 18263 MPa, avec une valeur moyenne calculée sur les 4 éprouvettes atteignant 17 134 MPa. Les contraintes maximales sont estimées entre 168 MPa et 195 MPa, tandis que les déformations maximales se situent entre 1,08% et 1,13%. À 300 mm/min, les deux éprouvettes produisent des résultats similaires, avec un module d'élasticité moyen de 17062 MPa, illustrant la stabilité du module entre les deux gammes de vitesses de chargement. En essais quasi statiques, les contraintes maximales avoisinent les 210 MPa pour une déformation à la rupture de 1,3%. Il est intéressant de noter les performances supérieures des composites à base de rubans de

bambou avec la matrice PA11 par rapport à la résine ELIUM, notamment en termes de modules d'élasticité et de contraintes maximales, suggérant une meilleure compatibilité de ces renforts avec le procédé de fabrication par thermocompression.

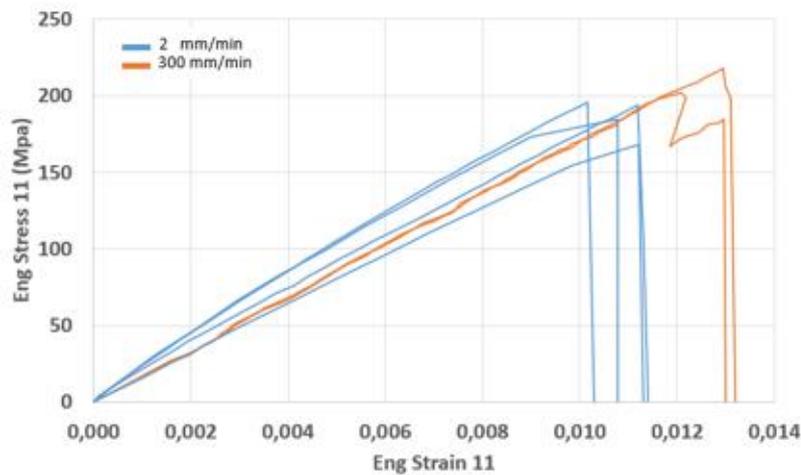


Figure 141 Courbes contraintes - déformations de composites bambou/PA11 (8 plis 0°) à 2 et 300 mm/min

#### IV.3.1.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin

Les éprouvettes dédiées à la caractérisation des composites lin/ELIUM suivent les dimensions de la norme EN2561, présentant une largeur de 10 mm et une longueur de 250 mm. Trois de ces éprouvettes ont été soumises à des essais à une vitesse de 2 mm/min, tandis que quatre autres ont été testées à 300 mm/min. Les résultats obtenus, présentés sur la Figure 142, ont révélé une excellente reproductibilité des mesures et montrent une augmentation du module d'Young entre les deux vitesses de chargement. En statique, le module d'Young moyen s'est élevé à 10789 MPa, tandis qu'à 300 mm/min, la moyenne a atteint 12703 MPa, représentant une augmentation de 18%. Les contraintes maximales en statique sont stables autour de 215 MPa, contrastant avec la valeur de 260 MPa en quasi statique. Les déformations, quant à elles, ont présenté une similitude aux deux vitesses, atteignant une valeur maximale d'environ 2,1%. Dans cette plage de vitesse, le composite Lin/ELIUM révèle une certaine sensibilité, un aspect qui nécessitera une confirmation ultérieure lors des essais dynamiques, où d'autres phénomènes physiques pourraient se manifester et potentiellement modifier ces observations.

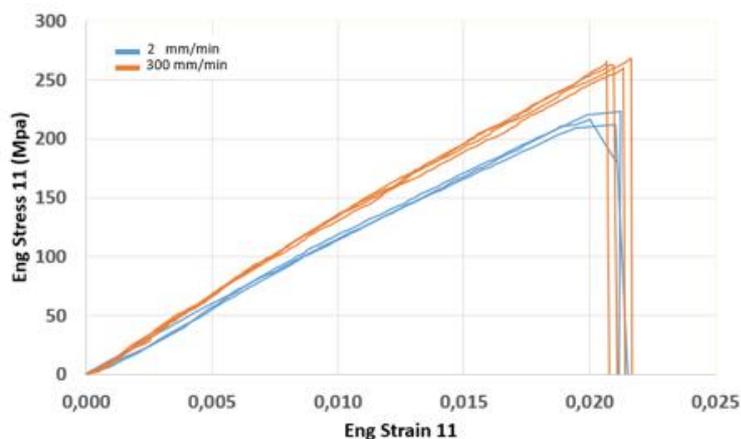


Figure 142 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/ELIUM (8 plis 0°) à 2 et 300 mm/min

Pour les essais de caractérisation des composites Lin/PA11, cinq éprouvettes ont été soumises à une vitesse de 2 mm/min, tandis que trois autres ont été testées à 300 mm/min, les courbes obtenues sont représentées sur la Figure 143. En raison de problèmes de mesure liés aux glissements de l'extensomètre physique, les données concernant les contraintes et les déformations maximales ne sont pas disponibles pour la vitesse de 2 mm/min. Malgré cela, les modules d'Young ont pu être estimés en statique, variant de 15956 MPa à 17430 MPa, avec une moyenne de 16507 MPa pour les cinq éprouvettes. Les essais quasi statiques ont révélé des contraintes maximales allant de 329 MPa à 348 MPa, pour des déformations situées entre 1,9% et 2,1%. À 300 mm/min, les modules d'Young présentent une moyenne de 17663 MPa, représentant une variation positive de 7%. Tout comme dans le cas des rubans de bambou, les performances mécaniques des fibres techniques de lin se montrent plus élevées avec la matrice PA11, que ce soit en termes de modules d'élasticité ou de contraintes maximales.

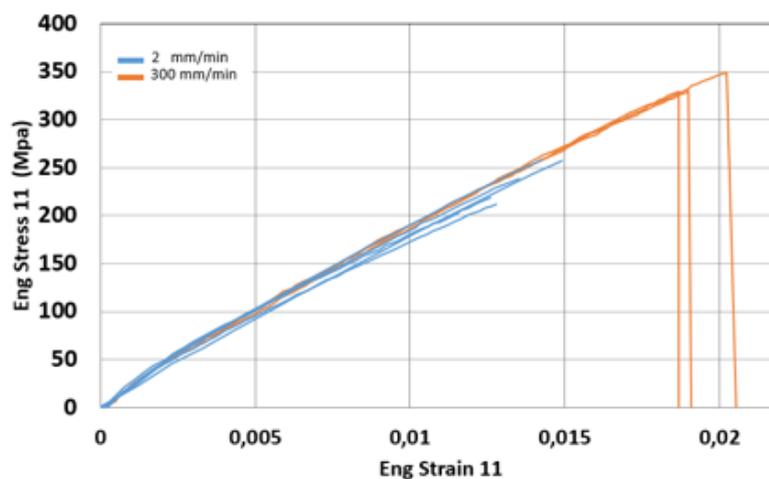


Figure 143 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/PA11 (8 plis 0°) à 2 et 300 mm/min

#### IV.3.1.3. Composites renforcés de fibres techniques de basaltes

Pour la caractérisation des composites constitués de basalte/ELIUM, trois éprouvettes ont été testées en statiques, quatre autres ont été testées en quasi statique, toutes ont les mêmes dimensions, une largeur de 10 mm et une longueur de 25 mm. Notamment, une bonne reproductibilité a été observée tout au long de ces essais (Figure 144). Dans les essais statiques, les modules d'Young ont oscillé entre 32321 MPa et 33601 MPa, avec une valeur moyenne de 32996 MPa pour les trois échantillons. Les contraintes maximales ont varié entre 794 MPa et 884 MPa, tandis que les déformations à la rupture se sont situées entre 2,7% et 3,1%. En ce qui concerne les essais quasi statiques, le module d'Young moyen estimé à partir des quatre éprouvettes s'élève à 34782 MPa, représentant une augmentation modeste d'environ 5%. À cette vitesse, les contraintes maximales ont sensiblement augmenté, variant de 916 MPa à 976 MPa, tandis que les déformations demeurent du même ordre que celles observées à 2 mm/min, oscillant entre 2,9% et 3,2%.

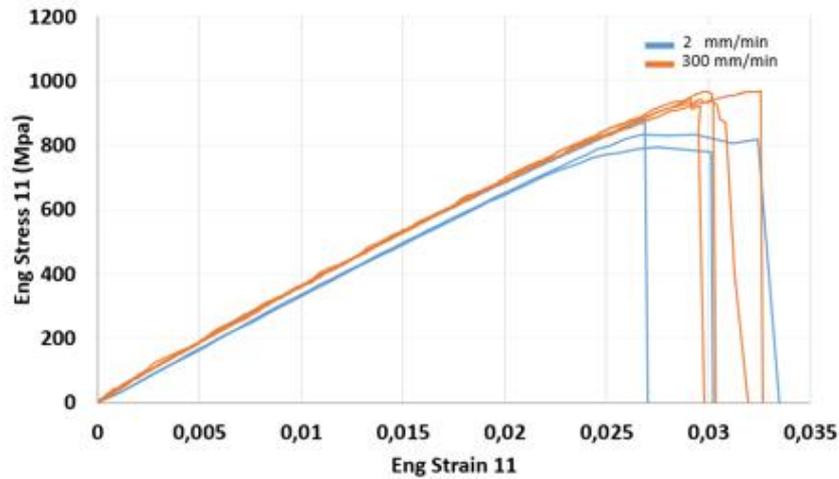


Figure 144 Courbes contraintes - déformations de composites basalte/ELIUM (8 plis 0°) à 2 et 300 mm/min

Dans le cadre de la caractérisation des composites composés de basalte/PA11 (Figure 145), trois éprouvettes ont été soumises à des essais statiques, tandis que trois autres ont été testées en quasi statique, toutes présentant une largeur de 10 mm et une longueur de 25 mm. Dans les essais statiques, les modules d'Young ont affiché une variabilité entre 26219 MPa et 29266 MPa, avec une valeur moyenne de 28124 MPa pour les trois échantillons. Les contraintes maximales ont oscillé entre 560 MPa et 678 MPa, tandis que les déformations à la rupture ont varié entre 2,5% et 3,8%. Il est important de souligner que les déformations et les contraintes maximales ont manifesté une dispersion significative, suggérant potentiellement la présence de porosités ou de défauts sur certaines éprouvettes. Dans les essais quasi statiques, le module d'Young moyen estimé à partir des quatre éprouvettes est de 32601 MPa, représentant une augmentation d'environ 15%. À cette vitesse, les contraintes maximales ont sensiblement augmenté, variant de 825 MPa à 853 MPa, tout comme les déformations mesurées à 2 mm/min, qui se sont situées entre 2,9% et 3,1%. Il est intéressant de noter que les composites à 8 plis orientés à 0° de fibre de basalte ont révélé une sensibilité plus marquée à la vitesse de déformation dans cette plage de vitesses avec la matrice PA11 par rapport à la résine ELIUM, même si les contraintes maximales demeurent relativement plus faibles.

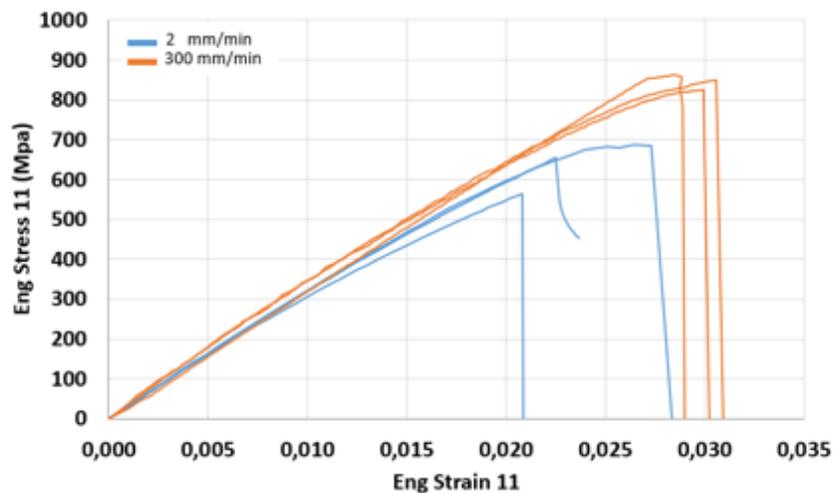


Figure 145 Courbes contraintes - déformations de composites basalte/PA11 (8 plis 0°) à 2 et 300 mm/min

### IV.3.2. Composites 8 plis à $\pm 45^\circ$

Avant de présenter les résultats des essais sur les différents composites constitués de drapages  $[(45/-45)_2]_s$ , il est essentiel de détailler la méthodologie employée pour générer les courbes décrivant l'évolution des contraintes de cisaillement intralaminaire en fonction des déformations de cisaillement plan, en se basant sur les données expérimentales.

La contrainte « ingénieure » (engineering stress)  $\sigma_{11}^{eng}$  est directement dérivée des essais en utilisant la relation suivante, où F représente l'effort appliqué par la machine de caractérisation et S la section initiale de l'éprouvette.

$$\sigma_{11}^{eng} = F/S$$

En appliquant la théorie des stratifiés et les matrices de changement de repères avec des angles d'orientation de plis à  $\pm 45^\circ$ , les équations caractérisant le cisaillement intralaminaire se présentent comme suit, où  $\varepsilon_{11}^{eng}$  et  $\varepsilon_{22}^{eng}$  représentent les déformations mesurées respectivement dans le sens longitudinal de l'effort de chargement et dans le sens transverse par le suivi optique de repères tracés sur les éprouvettes :

$$\begin{aligned}\sigma_{12}^{eng} &= \sigma_{11}^{eng} / 2 \\ \varepsilon_{12}^{eng} &= (\varepsilon_{11}^{eng} - \varepsilon_{22}^{eng}) / 2\end{aligned}$$

Lors des essais avec les stratifiés composés de plis orientés à  $\pm 45^\circ$ , les déformations mesurées sont considérables, modifiant ainsi l'aire de la section des éprouvettes et remettant en question les définitions traditionnelles des termes contrainte et déformation. Il devient alors nécessaire de convertir ces contraintes et déformations « ingénieures » respectivement en contrainte « vraie » (True Stress)  $\sigma_{12}^{true}$  et en déformation « vraie »  $\varepsilon_{12}^{true}$ . Cette conversion est essentielle pour obtenir des résultats cohérents, d'autant plus que dans les logiciels de simulation numérique, c'est généralement la relation entre la contrainte vraie et la déformation vraie qui est utilisée pour décrire le modèle matériau. D'autres termes, tels que la contrainte de Cauchy et la déformation logarithmique, sont également employés pour décrire ces quantités, et elles s'écrivent de la manière suivante.

$$\begin{aligned}\varepsilon_{12}^{true} &= \ln(1 + \varepsilon_{12}^{eng}) \\ \sigma_{12}^{true} &= \sigma_{12}^{eng} * (1 + \varepsilon_{12}^{eng})\end{aligned}$$

Les courbes exposées dans cette section visent à déterminer le module de la partie élastique, également connu sous le nom de module de cisaillement. Ces courbes illustrent la variation des contraintes vraies de cisaillement en fonction de la déformation vraie. Le module de cisaillement peut être aisément identifié dans la partie linéaire des courbes en déterminant la pente de la section élastique. La loi se résume, pour la partie linéaire, à l'équation suivante :

$$\sigma_{12}^{true} = G_{12} \varepsilon_{12}^{true}$$

Les autres paramètres essentiels pour comprendre et caractériser efficacement les stratifiés, ainsi que dans la perspective de créer une loi utilisateur pour les simulations explicites, consisteront

initialement à déterminer les limites d'élasticité, les contraintes maximales et les déformations à la rupture.

#### IV.3.2.1. Composites renforcés de ruban de bambou

Trois spécimens ont été soumis à un essai à une vitesse de 2 mm/min, tandis que trois autres ont été testés à une vitesse plus élevée de 300 mm/min lors de la caractérisation des composites bambou/ELIUM avec le drapage [(45/-45)<sub>2</sub>]. L'impact significatif de la vitesse de sollicitation sur le comportement de ces composites clairement démontré à travers les essais réalisés (Figure 146). L'augmentation du module de cisaillement, de la limite d'élasticité et de la contrainte à la rupture est notable, tandis que la déformation maximale présente une légère diminution avec l'augmentation de la vitesse de chargement. En passant de la sollicitation statique à quasi statique, la limite élastique est estimée à 5.9 MPa, augmentant à 6.9 MPa, marquant une évolution significative. Les modules de cisaillement, quant à eux, affichent des valeurs de 1989 MPa en statique, augmentant à 2441 MPa en quasi statique, indiquant une augmentation de 23%. Les contraintes maximales varient autour de 15.5 MPa à 2 mm/min et 16.9 MPa à 300 mm/min. On observe également la fragilité du comportement du composite attribuable à la résine ELIUM, avec des allongements à la rupture relativement bas, de l'ordre de 1%.

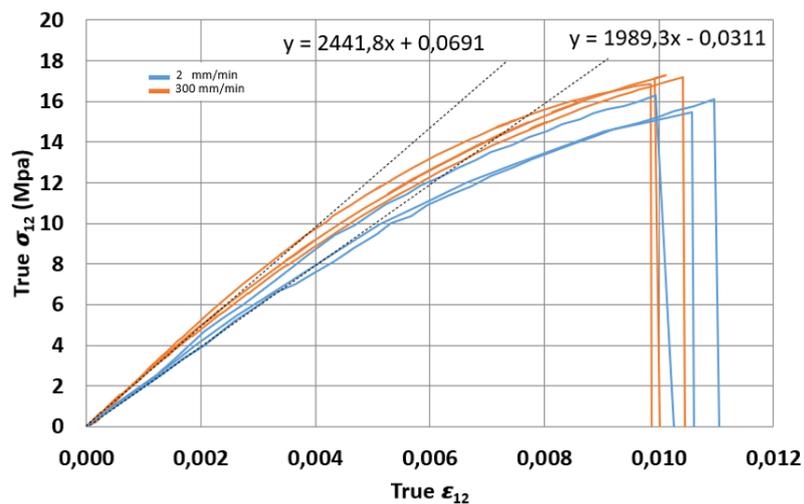


Figure 146 Courbes contraintes - déformations de composites Bambou/ELIUM (8 plis  $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min

Trois éprouvettes ont été soumises à une vitesse de 2 mm/min, tandis que trois autres ont été testées à 300 mm/min pour évaluer le comportement des composites Bambou/PA11. Les courbes résultantes des essais sur ce composite montrent un comportement beaucoup plus ductile que celui du composite Bambou/ELIUM (Figure 147). L'influence de la matrice en polyamide est clairement discernable, illustrée par un plateau plastique significatif. Les allongements à la rupture sont considérablement plus élevés qu'avec le thermoplastique acrylique, atteignant environ 6% à 2 mm/min et 5% à 300 mm/min. Les limites d'élasticité mesurées sont de 10.8 Mpa en statique et 15.7 Mpa en quasi-statique, tandis que les contraintes à la rupture augmentent, atteignant 23 Mpa à 2 mm/min et 26.6 Mpa à 300 mm/min. Les modules de cisaillement connaissent également une augmentation, passant de 1396 Mpa en statique à 1703 Mpa en quasi-statique.

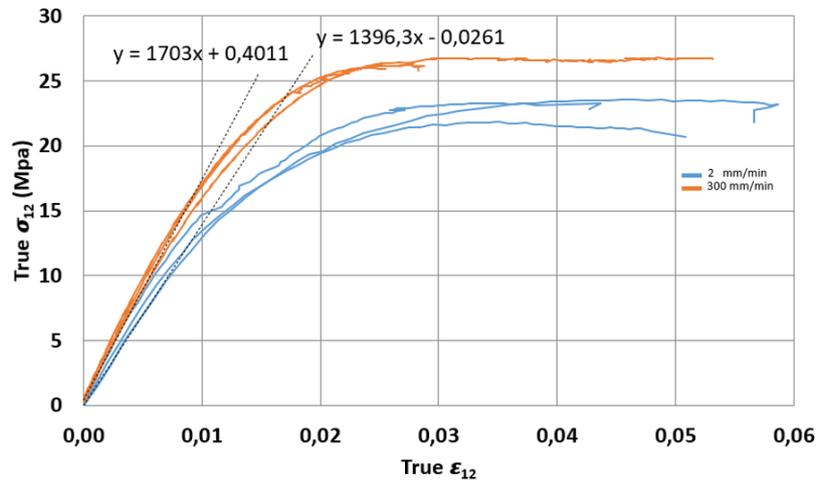


Figure 147 Courbes contraintes - déformations de composites Bambou/PA11 (8 plis  $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min

#### IV.3.2.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin

L'influence des vitesses de chargement sur la partie élastique du composite Lin/ELIUM est moins prononcée comme constaté sur la Figure 148. En effet, les modules de cisaillement restent très proches lors des trois essais statiques et des trois essais quasi statiques, estimés à 2075 Mpa. Les contraintes maximales sont estimées à 26.8 Mpa et 29.7 Mpa, respectivement, pour des sollicitations à 2 mm/min et 300 mm/min. Les limites élastiques sont estimées à 9.2 Mpa en statique et 13 Mpa en quasi statique. Il est intéressant de noter la différence de comportement entre le composite Lin/ELIUM  $\pm 45^\circ$  et le composite Bambou/ELIUM  $\pm 45^\circ$ . Avec les fibres techniques de lin, la courbe de comportement présente une forme plus élastoviscoplastique, avec des allongements beaucoup plus élevés et un plateau plastique plus marqué. Cela suggère que la nature des fibres joue un rôle significatif dans le comportement du composite, en particulier avec ce type de drapage  $[(45/-45)_2]_s$ .

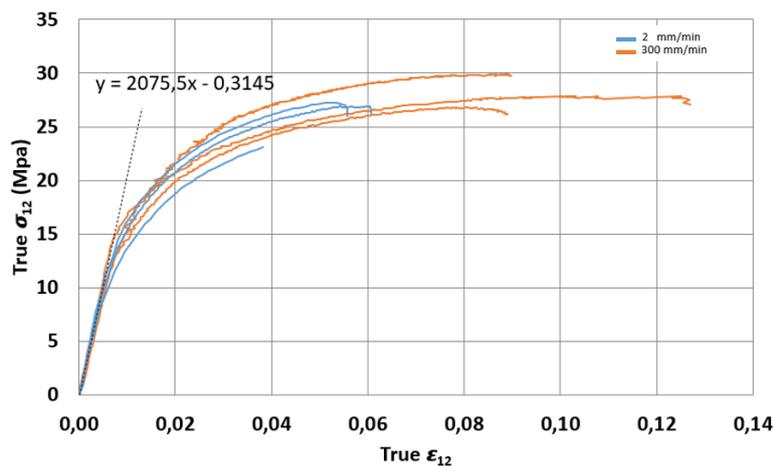


Figure 148 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/ELIUM (8 plis  $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min

Les essais de caractérisation du composite Lin/PA11 avec des plis orientés à  $\pm 45^\circ$  ont été réalisés sur trois éprouvettes sollicitées à 2 mm/min et trois éprouvettes à 300 mm/min. Les résultats, exposés en Figure 149, démontrent une bonne répétabilité pour chacune des deux vitesses. La vitesse de sollicitation des éprouvettes a une influence limitée sur la partie élastique de la courbe,

avec un module de cisaillement estimé autour de 1915 Mpa. L'effet de la vitesse de déformation devient plus perceptible sur la partie plastique des courbes, les limites d'élasticité étant mesurées à 12.8 Mpa en statique et 15.7 Mpa en quasi statique. De plus, les contraintes maximales augmentent considérablement entre les deux vitesses de chargement, atteignant 23.8 Mpa à 2 mm/min et 30.8 Mpa à 300 mm/min. Les allongements mesurés sont significativement plus importants qu'avec la résine ELIUM pour ce type de stratifié, mettant en évidence les capacités d'allongement considérables du polymère PA11 associé à des fibres techniques de lin.

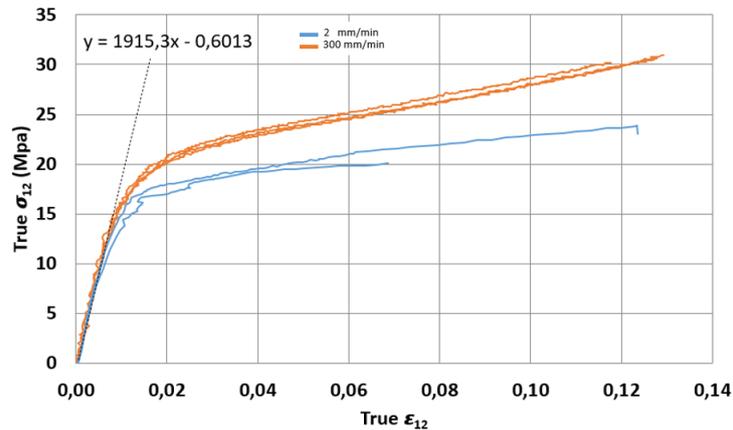


Figure 149 Courbes contraintes - déformations de composites Lin/PA11 (8 plis  $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min

#### IV.3.2.3. Composites renforcés de fibres techniques de basalte

Deux éprouvettes ont été soumises à des vitesses de sollicitation de 2 mm/min, tandis que deux autres ont été testées à 300 mm/min pour caractériser les composites  $[(45/-45)_2]_s$  à base de fibre technique de basalte et de résine ELIUM. Sur la Figure 150, on observe une influence notable de la vitesse de sollicitation sur les courbes de comportement de ces composites, présentant, tout comme pour les fibres techniques de lin, un comportement élastique suivi d'une déformation plastique significative, démontrant ainsi un caractère ductile pour les composites Basalte/ELIUM en stratifié à  $45^\circ$ . Les modules de cisaillement dans la partie linéaire augmentent, passant de 3659 Mpa à 2 mm/min à 4670 Mpa à 300 mm/min. Les limites élastiques sont identifiées à 11.7 Mpa en statique et 13.6 Mpa en quasi statique, tandis que les contraintes à la rupture augmentent également de manière significative entre ces deux vitesses, passant de 36.7 Mpa à 45.7 Mpa.

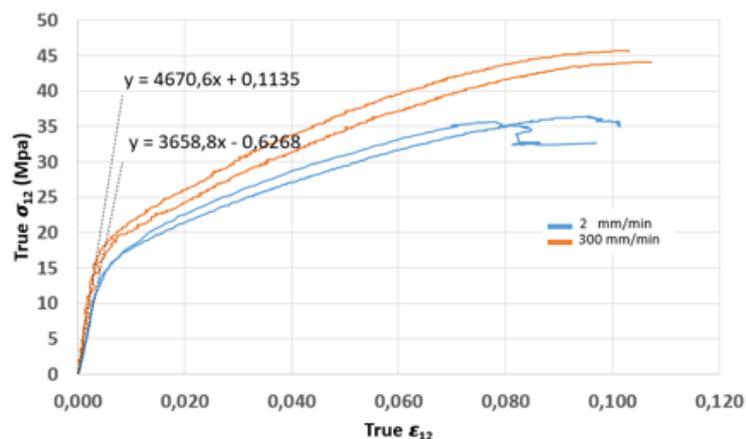


Figure 150 Courbes contraintes - déformations de composites Basalte/ELIUM (8 plis  $\pm 45^\circ$ ) à 2 et 300 mm/min

Afin de caractériser les composites Basalte/PA11 à 45°, une campagne expérimentale a été initiée en sollicitant 2 éprouvettes à une vitesse de 2 mm/min et 4 autres à 300 mm/min. Les courbes résultantes (Figure 151) présentent de nouveau un comportement attendu, débutant par une phase élastique suivie d'une partie plastique dès que la limite d'élasticité est atteinte. Cette limite élastique est observée à 7 Mpa pour les essais effectués à une vitesse de chargement de 2 mm/min et à 10.5 Mpa pour les essais à une vitesse plus élevée. Les modules dans la partie élastique linéaire sont assez similaires en valeur, avec des modules identifiés à 2191 Mpa en statique et 2579 Mpa en quasi statique. Le plateau plastique et les contraintes à la rupture augmentent également lorsque la vitesse de chargement est accrue.

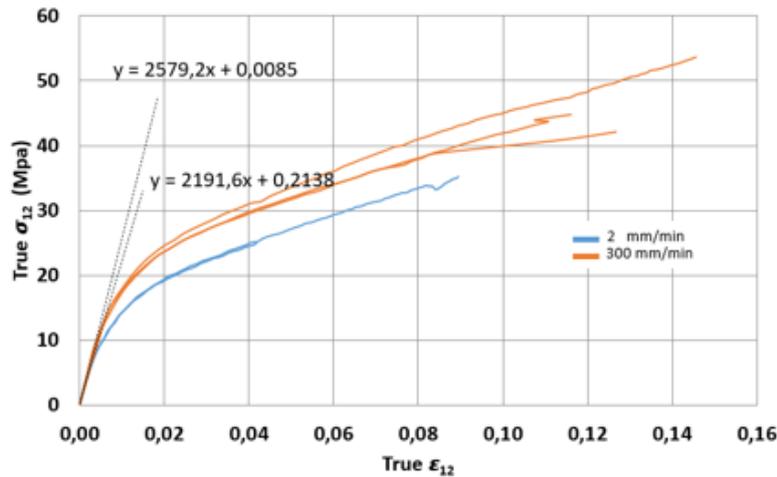


Figure 151 Courbes contraintes - déformations de composites Basalte/PA11 (8 plis ±45°) à 2 et 300 mm/min

#### IV.4. Lois des mélanges

Après avoir caractérisé en statique les différents constituants seuls ainsi que les matériaux composites constitués de ces renforts et de ces polymères, il est paru intéressant de vérifier si les propriétés identifiées sur les matériaux individuels permettent une évaluation précise des propriétés des composites à 0° en utilisant la loi des mélanges. Cette étape permet d'analyser la manière dont les caractéristiques des renforts et des polymères se combinent pour influencer le comportement mécanique des composites.

Le module équivalent d'un matériau composite dans la direction longitudinale des fibres,  $E_c$ , est évalué en utilisant la loi des mélanges qui se présente sous la forme suivante :

$$E_c = E_f V_f + E_m V_m$$

Où  $E_f$ ,  $V_f$ ,  $E_m$  et  $V_m$  représentent respectivement le module d'élasticité des fibres, le taux volumique de fibre, le module d'élasticité de la matrice et le taux volumique de matrice.

Les modules d'élasticité des renforts individuels et des matrices, obtenus à partir des essais de caractérisation décrits précédemment, sont utilisés pour calculer le module théorique  $E_c$ . Cette valeur est ensuite comparée aux modules déterminés expérimentalement lors des essais de caractérisation statique. Les taux volumiques des constituants, détaillés dans les paragraphes III.2 et III.3, sont également pris en compte dans ces calculs. Les données expérimentales, les résultats

issus de la loi des mélanges et les modules obtenus par les essais statiques sont présentés de manière synthétique dans le tableau de la Figure 152.

	<b>Bambou/PA11</b>	<b>Lin/PA11</b>	<b>Basalte/PA11</b>	<b>Bambou/ELIUM</b>	<b>Lin/ELIUM</b>	<b>Basalte/ELIUM</b>
<b><math>E_f</math> (Mpa)</b>	10000	13000	75000	10000	13000	75000
<b><math>E_m</math> (Mpa)</b>	1400	1400	1400	3300	3300	3300
<b><math>V_f</math> (%)</b>	70%	61%	47%	75%	44%	52%
<b><math>V_m</math> (%)</b>	30%	39%	53%	25%	56%	48%
<b><math>E_c</math> théorique (Mpa)</b>	<b>7420</b>	<b>8476</b>	35992	<b>8325</b>	<b>7568</b>	40584
<b><math>E_c</math> mesuré (Mpa)</b>	17000	16500	28000	9680	10800	33000

Figure 152 Résultats des caractérisations statiques des composites 0° et comparaison avec les estimations de la loi des mélanges

Une disparité entre les résultats anticipés par la théorie de la loi des mélanges et les mesures expérimentales est observée, en particulier pour les composites renforcés par des fibres d'origine végétale, tels que les rubans de bambou et les fibres techniques de lin. En effet, les modules d'élasticités théoriques sont nettement inférieurs à ceux effectivement mesurés lors des essais, suscitant ainsi des interrogations et soulignant la nécessité d'approfondir les investigations afin de comprendre les écarts significatifs constatés. Ces divergences entre la théorie et les résultats expérimentaux mettent en lumière des aspects spécifiques des comportements mécaniques de ces matériaux composites à fibres végétales, nécessitant une analyse plus approfondie pour déterminer les facteurs sous-jacents à ces différences.

Les écarts les plus nets se concentrent sur les composites renforcés par des matériaux végétaux élaborés au moyen du procédé de thermocompression, bien que des disparités moins significatives soient également présentes au sein des plaques de composites produites par le procédé d'infusion. En effet, les modules théoriques de ces composites sont nettement inférieurs aux valeurs mesurées lors des essais statiques. Pour le composite Bambou/PA11, la loi des mélanges prédit un module élastique de 7420 MPa, alors que les caractérisations statiques ont permis de mesurer un module élastique de 17000 MPa. Cette valeur est incompatible avec la loi des mélanges, car le module du composite est nettement supérieur au module de la fibre, mesuré à 10000 MPa. Un phénomène similaire est observé pour le composite Lin/PA11, avec un module d'élasticité du composite de 16500 MPa, également plus élevé que celui des fibres techniques de Lin, qui présentent un module d'Young de 13000 MPa. La loi des mélanges indique 8476 MPa, une valeur bien en deçà des valeurs expérimentales observées. Les principaux paramètres de fabrication des plaques par thermocompression sont la pression et la température. Il est donc envisageable qu'un ou les deux de ces paramètres aient altéré la structure et les propriétés des fibres, entraînant ainsi une modification des propriétés mécaniques des composites. Ce qui est étonnant, c'est que ces paramètres ont tendance à améliorer les performances anticipées des composites, alors qu'à première vue, le chauffage ou la compression des fibres devrait plutôt dégrader les caractéristiques mécaniques des fibres et, par conséquent, du composite obtenu. Des analyses approfondies de la structure des composites, effectuées à l'aide d'observations au microscope optique à haute résolution, offrent une perspective plus détaillée sur la réaction des fibres et de la matrice lors de la fabrication des plaques concernées.

## IV.4.1. Composites à rubans de bambou

### IV.4.1.1. Composites Bambou/PA11

Entamons les réflexions par l'analyse des composites Bambou/PA11. Pour rappel, comme précisé dans le paragraphe III.1, la surface d'un ruban de bambou avant son incorporation dans la fabrication des plaques composites a été mesurée à 2 mm<sup>2</sup>. La Figure 153a révèle une déformation significative des rubans avec des plis entremêlés, indiquant une pression considérable lors de la fabrication de la plaque. Les sections mesurées sur les rubans présents sur l'échantillon affichent une surface moyenne de 0.74 mm<sup>2</sup>, nettement inférieure aux 2 mm<sup>2</sup> initiaux du ruban avant thermocompression.

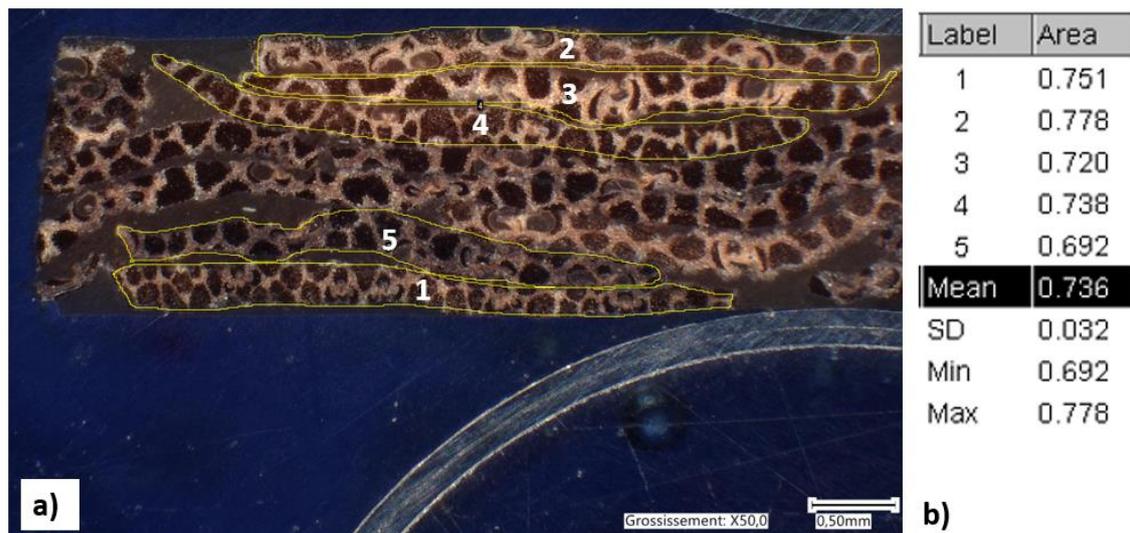


Figure 153 (a) Microstructure d'un composite Bambou/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification de la section des rubans (mm<sup>2</sup>)

Deux explications possibles peuvent être avancées pour cette modification de section : la première est une altération de la masse du ruban, et la seconde est une variation de la densité du ruban.

Pour rappel, les paramètres utilisés pour la fabrication de la plaque illustrée en Figure 115 dans le paragraphe III.2.2.1 sont les suivants : un maintien à environ 200°C sans pression pendant une minute, suivi d'une application de 25 bars de pression pendant deux minutes, puis une imposition de 40 bars pendant deux minutes supplémentaires. Le passage de 50°C à 200°C nécessite environ cinq minutes, les fibres sont maintenues à 200°C pendant cinq minutes, et le retour à 50°C prend également cinq minutes. Le temps d'exposition aux hautes températures est donc relativement limité. Comme évoqué dans le paragraphe II.1.4.4, l'analyse de la stabilité thermique des rubans de bambou a été réalisée lors de récents travaux par ATG et DTG [26], [28]. Une première phase de déshydratation de l'échantillon se manifeste par une perte de masse d'environ 7 %, se produisant dans la plage de température de 25 à 100°C. Après cette déshydratation initiale, aucun changement significatif n'est observé jusqu'à 200°C. La dégradation la plus marquée se situe entre 300°C et 350°C, correspondant à la décomposition de la cellulose. Ces analyses permettent donc de conclure que la perte de masse est faible même si existante dans la plage de température inférieure à 200°C, utilisée lors de la fabrication de la plaque de bambou/PA11 étudiée ici, et ne peut ainsi pas justifier l'importante réduction de la section du ruban de bambou.

La seconde hypothèse avancée pour expliquer la diminution de section du bambou est la modification de la densité du ruban. Une augmentation de la densité peut se produire en fermant les xylèmes, les canaux par lesquels l'eau et les nutriments sont transportés, assimilables à des porosités naturelles, ou en compactant les cellules de parenchyme, qui sont des tissus spongieux. Une comparaison de la microstructure entre un échantillon extrait d'une plaque de bambou réalisée par infusion et un autre échantillon extrait d'une plaque de bambou confectionnée par thermocompression est présentée respectivement en Figure 154a et Figure 154b. Cette figure met en lumière la densité fibreuse observée dans la plaque obtenue par thermocompression, comparée à celle réalisée par infusion. Les xylèmes sont peu ou pas visibles dans la plaque de bambou/PA11, contrairement à la plaque bambou/ELIUM. De plus, le parenchyme est également bien plus compacté par le procédé de thermocompression. L'hypothèse d'une modification de la densité fibreuse par thermocompression semble donc être celle à privilégier pour expliquer la réduction de section du ruban de bambou dans la plaque de bambou/PA11.

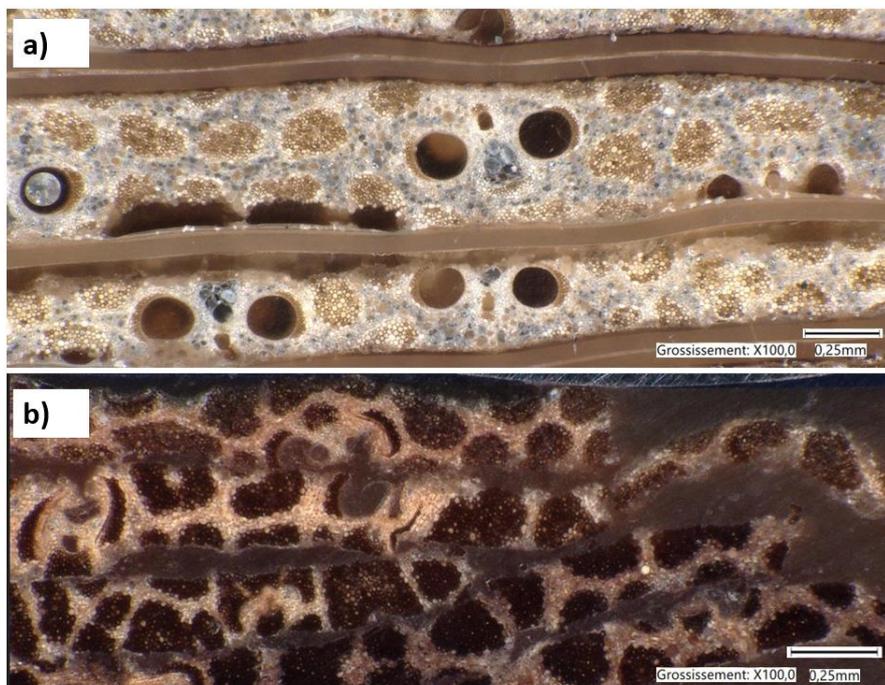


Figure 154 Microstructure de composites (0°) à renforts de Bambou révélées par microscopie optique, (a) Bambou/ELIUM (b) Bambou/PA11

En faisant l'hypothèse de la conservation de la rigidité du ruban de bambou avant et après la fabrication des plaques, on peut formuler :

$$\frac{E_{ruban\ bambou}^{initiale} S_{ruban\ bambou}^{initiale}}{L_{ruban\ bambou}} = \frac{E_{ruban\ bambou}^{corrigé} S_{ruban\ bambou}^{corrigée}}{L_{ruban}}$$

La longueur des rubans de bambous est identique avant et après la fabrication des plaques, l'équation devient alors :

$$E_{ruban\ bambou}^{corrigé} = E_{ruban\ bambou}^{initiale} * \left( \frac{S_{ruban\ bambou}^{initiale}}{S_{ruban\ bambou}^{corrigée}} \right)$$

En utilisant les différentes données et observations expérimentales, le module d'élasticité corrigé du ruban de bambou serait de :

$$E_{ruban\ bambou}^{corrigé} = 10000 * \left(\frac{2.00}{0.74}\right) = 27027\text{ Mpa}$$

La méthode appliquée sur les rubans de bambou présente une tendance à légèrement surestimer les propriétés du composite en ajustant les modules d'élasticité des renforts en prenant en considération le changement de section du renfort. En effet, l'utilisation de la loi des mélanges aboutit à une estimation du module d'élasticité du composite à 19339 MPa, au lieu des 17000 MPa mesurés. Un paramètre noté  $\beta_c$  est introduit dans l'équation précédente afin d'ajuster les valeurs théoriques évaluées par la loi des mélanges aux valeurs mesurées lors des caractérisations. Ce paramètre peut être considéré comme un indicateur permettant de quantifier l'écart entre l'estimation de la méthode et les résultats réels. D'un point de vue physique, ce paramètre permet de prendre en compte la forte variabilité des renforts végétaux, dont les propriétés mécaniques varient significativement d'un renfort à l'autre. Cette variabilité est due au ratio fibre/parenchyme, mis en évidence dans le paragraphe IV.2.1, ainsi qu'à la modification de la densité fibreuse, comme discuté précédemment. Le procédé de fabrication du composite altère la structure du ruban, le rendant différent de celui observé dans le composite final.

$$E_{ruban\ bambou}^{corrigé} = \beta_c * E_{ruban\ bambou}^{initiale} * \left(\frac{S_{ruban\ bambou}^{initiale}}{S_{ruban\ bambou}^{corrigée}}\right)$$

Dans le cas de la fabrication des composites de ruban de bambou avec la matrice PA11 ce coefficient d'ajustement  $\beta_c$  est de 0.88

#### IV.4.1.2. Composites Bambou/ELIUM

La même approche a été utilisée pour investiguer les écarts sur le module d'élasticité longitudinal obtenus par caractérisations statiques et celui estimé par la loi des mélanges sur les composites Bambou/ELIUM. Ces composites sont fabriqués à partir des mêmes rubans de bambou, mais cette fois en utilisant le procédé d'infusion à température ambiante avec la résine ELIUM. Bien que des écarts existent également dans ce cas, ils sont moins prononcés qu'avec le procédé de thermocompression. En effet, la loi des mélanges prédit un module élastique de 8325 MPa, tandis que les caractérisations statiques ont permis de mesurer un module élastique de 9680 MPa.

Pour tenter d'expliquer cette différence, la structure du composite Bambou/ELIUM a été examinée à l'aide d'un microscope optique, comme illustré sur la Figure 155a. La méthodologie employée implique une estimation moyenne de la surface des rubans de bambou après la fabrication par infusion. Une observation immédiate montre une structure nettement moins écrasée par rapport à celle observée avec le PA11. La surface moyenne mesurée confirme cette observation, indiquant une valeur de 1.38 mm<sup>2</sup>, soit pratiquement le double de celle observée après thermocompression.

La réduction de section est moindre et peut s'expliquer par plusieurs facteurs. La pression est plus faible qu'en thermocompression mais reste présente. De plus, l'élévation de la température pendant la phase de polymérisation, couplée au phénomène de retrait assez important de la résine ELIUM, peut expliquer le léger compactage observé après la fabrication par infusion.



Figure 155 (a) Microstructure d'un composite Bambou/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification de la section des rubans (mm<sup>2</sup>)

L'utilisation de la formule brute pour corriger le module d'élasticité des rubans de bambou dans le cadre du procédé d'infusion serait alors calculée par :

$$E_{ruban\ bambou}^{corrigé} = 10000 * \left(\frac{2.00}{1.38}\right) = 14492\text{ Mpa}$$

Ainsi, le module d'élasticité du composite est estimé à 11694 MPa au lieu des 9680 Mpa mesuré. Le paramètre  $\beta_c$  pour le composite Bambou/ELIUM est donc de 0.83, valeur proche de celui du composite Bambou/PA11.

#### IV.4.2. Composites à fibres techniques de lin

##### IV.4.2.1. Composite Lin/PA11

Contrairement aux composites à base de ruban de bambou, qui présentent des difficultés d'imprégnation du ruban et d'infiltration dans les fibres de bambou, les composites à base de fibres techniques de lin ont démontré une qualité de fabrication supérieure. En effet, les matrices PA11 et la résine ELIUM ont réussi à imprégner efficacement les fibres techniques de lin, parvenant à les enrober de manière homogène. Lors des observations à une échelle plus fine pour mesurer les sections moyennes des fibres techniques de lin, il est important de prendre en compte cette réalité, car une simple mesure sur la périphérie de la fibre technique peut induire en erreur, incluant une partie de résine dans la surface mesurée. À titre de rappel, la surface moyenne d'une fibre technique de lin sans résine, mesurée par pesée, s'élève à 0.230 mm<sup>2</sup>.

La Figure 156a présente une image de la microstructure d'une des plaques de Lin/PA11, observée au microscope optique avec un grossissement de x50. La surface moyenne externe des fibres techniques de lin imprégnées de la matrice PA11 est de 0.189 mm<sup>2</sup>, cette estimation étant réalisée à partir de la mesure de 14 fibres techniques de lin dans le composite Lin/PA11.



Figure 156 (a) Microstructure d'un composite Lin/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification de la surface des fibres techniques de lin imprégnées (mm<sup>2</sup>)

Afin de discriminer les différentes phases du composite Lin/PA11, c'est-à-dire identifier les fibres et la matrice à partir des images obtenues par observation au microscope optique, ces images sont soumises à un traitement minutieux à l'aide du logiciel ImageJ. La zone étudiée est délimitée sur la Figure 157a, correspondant à une portion d'une fibre technique de lin et d'une partie de résine. L'analyse de l'image a permis de distinguer les fibres (pixels rouges) des porosités (pixels magentas) et de la matrice PA11 (pixels verts). Le taux volumique de fibre dans la zone d'intérêt est évalué à 75,94%. En appliquant ce taux volumique de fibre à la surface moyenne externe des fibres techniques de lin mesurée précédemment, nous pouvons suggérer que la surface moyenne des fibres techniques de lin après la fabrication des plaques composites est plutôt de 0,189 mm<sup>2</sup> \* 0,7594, ce qui donne 0,141 mm<sup>2</sup>.

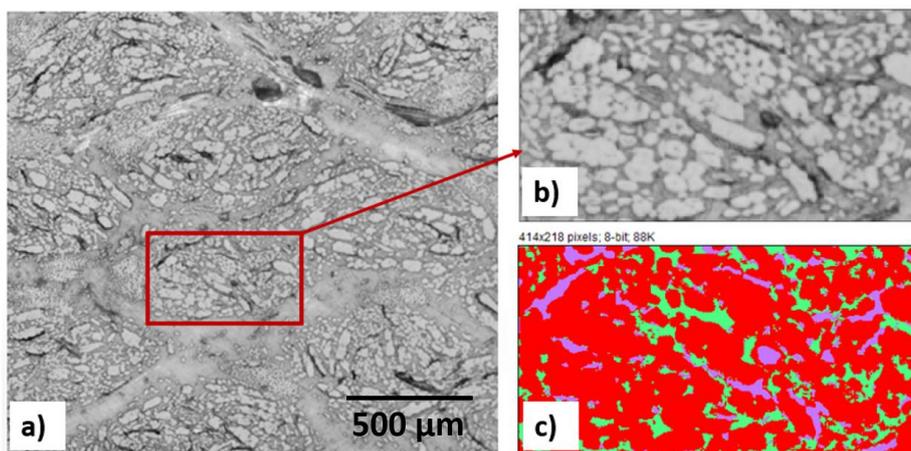


Figure 157 Microstructure d'un composite Lin/PA11 (0°) révélée par microscopie optique, (b) zoom sur la zone d'intérêt et (c) identification des constituants

La formule utilisée pour les composites de ruban de bambou, adaptée aux caractéristiques expérimentales des fibres techniques de lin pour estimer le module d'élasticité corrigé des fibres techniques de lin, est alors :

$$E_{\text{fibre tech lin}}^{\text{corrigé}} = 13000 * \left( \frac{0.230}{0.141} \right) = 21206 \text{ Mpa}$$

Le module élastique du composite Lin/PA11, ajusté en fonction du nouveau module corrigé des fibres techniques de lin, s'élève à 13382 MPa, se révélant inférieur au module mesuré expérimentalement d'environ 16500 MPa. Cet effet contraste avec les observations effectuées sur les composites à ruban de bambou, où cette méthode avait la tendance à surestimer le module du composite. Avant d'apporter des réponses définitives à ces observations, il est pertinent d'appliquer la même méthodologie utilisée précédemment sur les composites Lin/PA11 aux composites Lin/ELIUM.

#### IV.4.2.2. Composite Lin/ELIUM

La superficie des fibres techniques de lin imprégnées par la résine ELIUM lors du processus d'infusion a été estimée, comme illustré sur la Figure 158a, par la mesure de 20 fibres techniques de lin. La valeur moyenne ainsi obtenue avoisine  $0.269 \text{ mm}^2$ , dépassant considérablement celle mesurée à  $0.189 \text{ mm}^2$  sur les plaques de Lin/PA11. Ceci suggère que la pression appliquée lors de l'infusion est nettement moindre, réduisant ainsi l'écrasement des fibres de lin

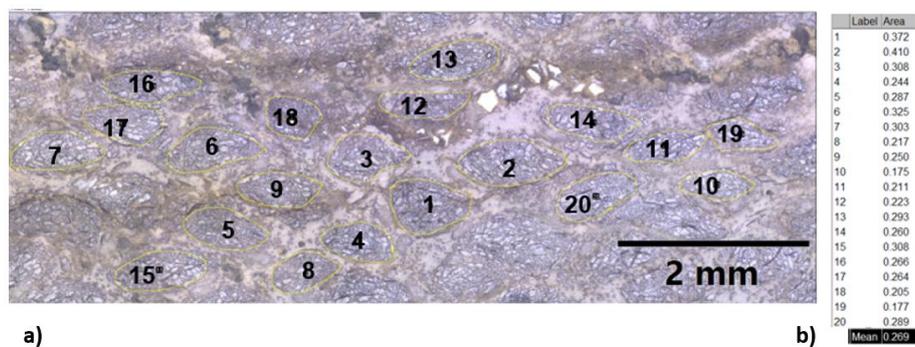


Figure 158 (a) Microstructure d'un composite Lin/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique, (b) identification de la surface des fibres techniques de lin imprégnées (mm<sup>2</sup>)

Ensuite, le logiciel ImageJ a été employé pour discriminer les fibres de la résine dans l'observation préalable réalisée au microscope optique. La segmentation effectuée (Figure 159) a permis d'obtenir le taux volumique de fibre dans la zone d'intérêt, qui s'élève à 57,97%. En utilisant cette valeur pour ajuster la surface effective des fibres techniques de lin dans le composite Lin/ELIUM, la surface des fibres est estimée à  $0,230 \text{ mm}^2 * 0,5797$ , soit  $0,156 \text{ mm}^2$ . Cela conduit à un module corrigé de 19167 MPa pour le composite correspondant.

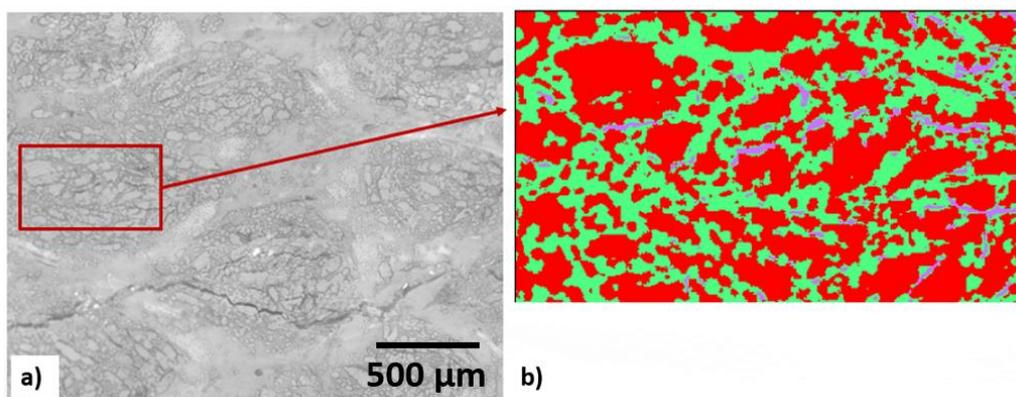


Figure 159 (a) Microstructure d'un composite Lin/ELIUM (0°) révélée par microscopie optique avec la zone d'intérêt et (b) identification des constituants

Le module élastique ainsi prédit par la correction du module des fibres techniques s'élève à 10281 MPa, légèrement inférieur mais tout de même très proche des 10800 MPa obtenus expérimentalement. Les estimations fournies par la loi des mélanges pour le lin tendent à être plus basses que la réalité, car les fibres de lin sèches ne se comportent probablement pas de la même manière lorsqu'elles sont enrobées de résine. En effet, les fibres techniques de lin, lorsqu'elles sont sans polymère, peuvent se dénouer pendant une partie de la sollicitation, tandis que dans le composite, la résine limite la torsion des fibres, conférant ainsi une rigidité accrue

#### IV.4.3. Conclusion de l'utilisation de la loi des mélanges

Avant d'exposer les modules d'élasticité des composites composés de 8 plis à 0°, en prenant en compte les corrections proposées pour tenir compte de l'effet des procédés de fabrication sur les renforts végétaux, il convient de noter une observation opposée concernant les composites à base de fibre de basalte. En effet, les estimations de la loi des mélanges ont tendance à surestimer les propriétés des composites à base de FILAVA™, alors que les estimations initiales des propriétés des composites à base de ruban de bambou ou de fibre technique de lin suggèrent des sous-évaluations des modules élastiques. Les fibres unitaires de basalte, de par leur nature, possèdent un module d'Young relativement élevé. Comme illustré sur la Figure 160, les fibres unitaires de basalte ne se déforiment pas contrairement aux fibres végétales, rendant une correction de la section des fibres de basalte inopportune. Les explications les plus plausibles suggèrent plutôt un désalignement lors de la fabrication des plaques, les fibres n'étant pas exactement orientées dans l'axe de chargement lors des essais de caractérisation, ou bien des interfaces fibres/matrices non optimales qui dégradent les rigidités mesurées.

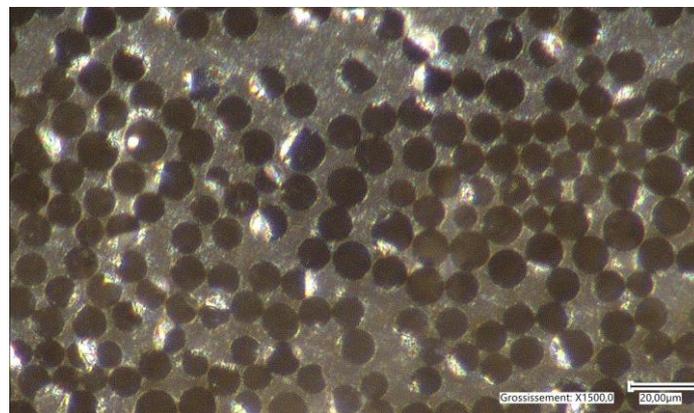


Figure 160 Microstructure d'un composite Basalte/PA11 (0°) révélée par microscopie optique

Le tableau présenté dans la Figure 161 récapitule les résultats obtenus en utilisant la loi des mélanges initiales avec les modules d'élasticité corrigés afin de tenir compte des effets des cycles de fabrication des plaques composites sur les renforts à fibres naturelles, tels que les rubans de bambou et les fibres techniques de lin. Les modules d'élasticité théoriques ainsi obtenus sont répertoriés dans la ligne «  $E_c$  théorique ». Ils sont tout d'abord comparés aux modules expérimentaux mesurés, notés «  $E_c$  mesuré », puis finalement confrontés aux valeurs finales proposées. Ces dernières intègrent le facteur de correction  $\beta_c$  qui compense les dégradations des modules dans le cas des rubans de bambou, ainsi qu'un ajustement en raison des comportements différents des fibres de lin lorsqu'elles sont imprégnées, comparativement à leur comportement sous forme de fibres sèches sans résines.

	<b>Bambou/PA11</b>	<b>Lin/PA11</b>	<b>Basalte/PA11</b>	<b>Bambou/ELIUM</b>	<b>Lin/ELIUM</b>	<b>Basalte/ELIUM</b>
<b><math>E_f</math> corrigé (Mpa)</b>	27027	21206	75000	14492	19167	75000
<b><math>E_m</math> (Mpa)</b>	1400	1400	1400	3300	3300	3300
<b><math>V_f</math> (%)</b>	70%	61%	47%	75%	44%	52%
<b><math>V_m</math> (%)</b>	30%	39%	53%	25%	56%	48%
<b><math>E_c</math> théorique (Mpa)</b>	19339	13482	35992	11694	10281	40584
<b><math>E_c</math> mesuré (Mpa)</b>	17000	16500	28000	9680	10800	33000
<b><math>\beta_c</math></b>	0,88	1,22		0,83	1,05	
<b><math>\beta_c * E_c</math> théorique (Mpa)</b>	17000	16500		9680	10800	

Figure 161 Caractérisations statiques des composites 0° avec corrections des modules d'élasticité des renforts végétaux lors de fabrications de plaques composites

## Bilan de la Partie IV

Ce chapitre a présenté les résultats des caractérisations statiques et quasi-statiques des polymères purs, des fibres sèches et des composites constitués de drapages à  $0^\circ$  ou à  $\pm 45^\circ$ . Ces essais ont servi à établir une base solide pour évaluer les composants individuels ainsi que les composites. Cette référence est importante pour quantifier, lors des essais dynamiques, l'impact de la vitesse de déformation sur les polymères, les fibres et les composites. Ces évaluations statiques et quasi-statiques ont également permis d'identifier le type de lois de comportement des différents constituants. Les deux résines ont montré une sensibilité marquée entre les essais statiques et quasi-statiques, tandis que les trois renforts semblent peu sensibles à la vitesse de déformation. Toutefois, les dispersions observées sur les essais du bambou et du lin compliquent les conclusions. La résine ELIUM a montré un comportement viscoélastique fragile, tandis que le PA11 présente un comportement élastoplastique avec des allongements à la rupture bien plus importants en raison de son comportement ductile. Les rubans de bambou ont affiché un comportement élastique fragile avec une grande dispersion à la fois sur les modules de Young, sur les contraintes maximales et les allongements à la rupture. Ces observations ont été expliquées par une analyse des microstructures des rubans à l'aide de microscopes optiques couplés à des analyses d'image par algorithmes de segmentation. Cette approche a révélé de grandes variations du taux volumique de fibres dans les rubans, variations qui, en utilisant une loi des mélanges, ont permis de remonter aux modules d'élasticité mesurés expérimentalement. Une observation importante dans ce chapitre concerne l'allure originale des courbes contrainte-déformation des fibres techniques de lin, particulièrement au-delà de la contrainte maximale. En effet, une décroissance relativement graduelle de la contrainte après avoir atteint la contrainte maximale suggère la présence de mécanismes d'endommagement progressif. Ainsi, contrairement aux rubans de bambou, les fibres de lin ne manifestent pas un comportement fragile. L'observation des courbes de comportement des fibres techniques de basalte indique que ces dernières ont également un comportement élastique fragile. L'effet de la vitesse de déformation sur les composites à  $0^\circ$  n'est pas significatif, mais cette sensibilité est plus marquée sur les composites constitués de plis à  $45^\circ$ , car la résine est plus sensible à la vitesse de déformation et joue un rôle plus important avec ces drapages.

Ce chapitre a également mis en évidence la disparité notable entre les résultats anticipés par la théorie de la loi des mélanges et les mesures expérimentales, en particulier pour les composites renforcés par des fibres d'origine végétale, tels que les rubans de bambou et les fibres techniques de lin. Une méthodologie basée sur l'analyse de la microstructure des composites à renfort végétal a été proposée afin de corriger les modules d'élasticité en tenant compte des effets des cycles de fabrication de ces plaques composites.

## Partie V. Analyses mécaniques dynamiques DMA

Ce chapitre présente les analyses mécaniques dynamiques (DMA) réalisées sur les polymères purs, les fibres sèches et les composites avec des drapages à 0°, en les soumettant à des sollicitations dynamiques vibratoires. L'objectif est de caractériser les deux polymères en commençant par déterminer leur température de transition vitreuse. Cette caractéristique est cruciale pour identifier la plage de température d'utilisation des composites à base de ces polymères et pour établir la température de référence nécessaire à l'application du principe de superposition temps-température, ce qui permet d'évaluer la sensibilité des polymères aux sollicitations dynamiques.

Une méthodologie d'analyse de la sensibilité à la vitesse de déformation est également proposée et détaillée dans ce chapitre. Basée sur des balayages en fréquence à température ambiante, cette méthode utilise la conversion des fréquences de sollicitations en vitesses de déformation moyennes équivalentes selon les travaux de Mulliken et Boyce [123]. Cette approche permet d'examiner l'évolution du module de conservation des polymères, des fibres sèches et des composites à 0°.

### V.1. Dispositif expérimental

L'appareil d'Analyse Mécanique Dynamique (DMA) utilisé pour cette étude est le DMA+100, conçu par la société Métravib. Doté d'un excitateur dynamique intégré, il applique des déformations ou des contraintes à l'échantillon en exerçant des forces pouvant atteindre 100N. Sa chambre thermique permet des investigations sur une large plage de températures, allant de -150 à 450°C. Les fréquences de sollicitation opérationnelles se situent habituellement entre 1 et 200 Hz, mais une adaptation avec un capteur basse fréquence autorise des mesures jusqu'à  $10^{-3}$  Hz. L'attention se porte particulièrement sur les résultats obtenus aux hautes fréquences, entre 100 Hz et 200 Hz, proches des capacités maximales de l'équipement. La Figure 162 met en avant la DMA employée dans le cadre de cette étude, offrant une vue détaillée de son enceinte thermique et du dispositif de sollicitation en traction dynamique.

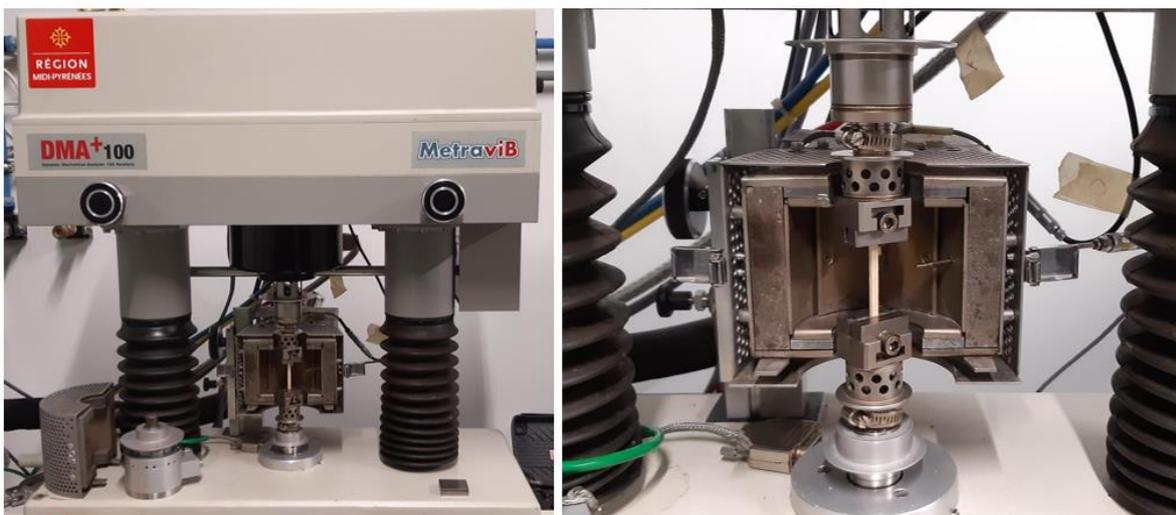


Figure 162 Présentation du dispositif DMA100+ et de son enceinte thermique

## V.2. Essais dynamiques DMA sur résines seules

### V.2.1. Détermination des températures de transition vitreuse

Les tests pour déterminer les températures de transition vitreuse des deux polymères ont été réalisés à une fréquence de sollicitation de 1 Hz et avec un déplacement dynamique de 5  $\mu\text{m}$ , utilisant un dispositif de caractérisation en traction sur une plage de température se situant entre  $-50^{\circ}\text{C}$  et  $150^{\circ}\text{C}$  avec une rampe calibrée à  $2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ . Les échantillons adoptent une forme rectangulaire, avec une distance de 40 mm entre les mors. Les spécimens de PA11 ont une largeur de 3,35 mm et une épaisseur de 2,05 mm, tandis que ceux d'ELIUM affichent une largeur de 3,44 mm pour une épaisseur de 1,96 mm.

#### V.2.1.1. Polymère PA11

Lors de l'évaluation de la température de transition vitreuse du polymère PA11, le comportement observé s'aligne avec celui d'un polymère semi-cristallin. Sur la Figure 163 on peut observer une décroissance graduelle du module de conservation, avec la température de transition vitreuse du PA11 identifiée à  $48,7^{\circ}\text{C}$ , en accord avec les données préalablement fournies par le fabricant. Notamment, l'échantillon conserve une certaine rigidité même après avoir dépassé la température de transition vitreuse, une caractéristique distincte des polymères semi-cristallins. Les valeurs du module de conservation mesurées confirment cette observation, avec des chiffres de 2301 MPa à  $-50^{\circ}\text{C}$ , 1709 MPa à  $21^{\circ}\text{C}$  et 200 MPa à  $150^{\circ}\text{C}$ , cohérents avec le module d'Young de 1800 MPa fourni par ARKEMA.

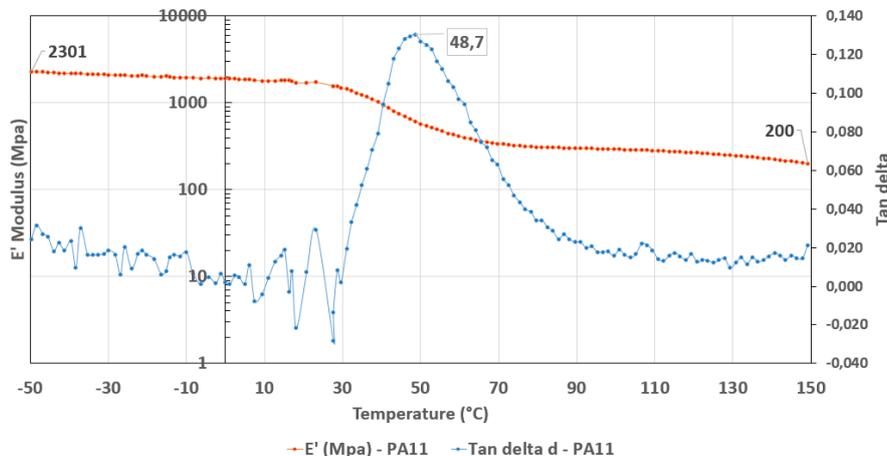


Figure 163 Évolution du module de conservation et du facteur d'amortissement du polymère PA11 en fonction de la température

#### V.2.1.2. Résine ELIUM 188 XO

Le caractère amorphe de la résine ELIUM se manifeste clairement à travers l'évolution du module de conservation en fonction de la température comme le décrit la courbe orange en Figure 164. Cette courbe révèle une diminution légère du module, suivie d'une chute abrupte aux alentours de la température de transition vitreuse, identifiée à  $100,4^{\circ}\text{C}$ , où l'échantillon perd toute rigidité. Ce type de polymère amorphe se révèle donc inutilisable autour de sa température de transition vitreuse et au-delà. Les modules de conservation mesurés, soit 5198 MPa à  $-50^{\circ}\text{C}$ , 3497 MPa à 21

°C et 4 MPa à 110 °C, correspondent également aux données fournies par le fabricant pour le module d'Young de ce matériau, évalué à 3300 MPa.

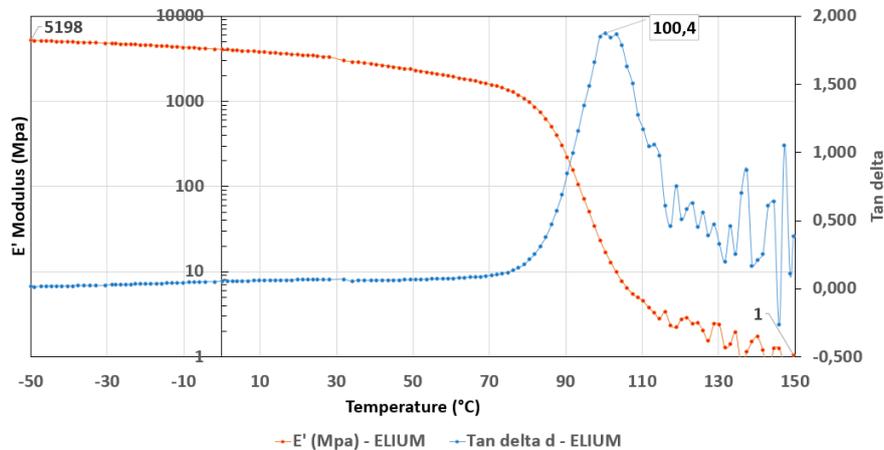


Figure 164 Évolution du module de conservation et du facteur d’amortissement de la résine ELIUM 188 XO en fonction de la température

## V.2.2. Equivalence temps-température

### V.2.2.1. Polymère PA11

Les échantillons pour appliquer le principe d’équivalence temps température sur le polymère PA11 sont identiques à ceux utilisés pour déterminer la température de transition vitreuse. Les échantillons sont de forme rectangulaire avec une épaisseur de 2.05mm, une largeur de 3.35mm et une longueur utile de 40mm. La vitesse de montée en température est de 2°C/mn avec une durée de stabilisation suffisante pour que les températures ciblées pour les balayages en fréquence soient stabilisées. La sollicitation est effectuée avec un déplacement dynamique de l’ordre de 5 µm, les fréquences varient entre 1 Hz et 200 Hz. La plage de température pour analyser le polymère PA11 se situe entre 40°C et 80°C avec une liste de températures plus importante autour de la température de référence se situant à la valeur de la température de transition vitreuse, c’est-à-dire 48°C.

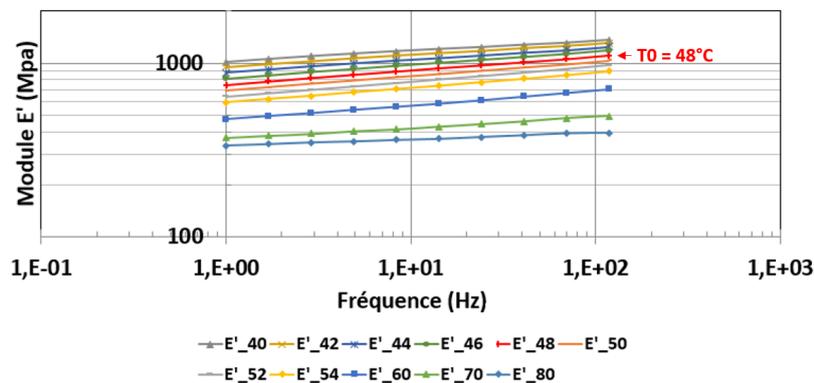


Figure 165 Évolution du module de conservation du PA11 dans des conditions isothermes en fonction de la fréquence de sollicitation

On remarque que l’évolution du module de conservation du PA11 sur la plage de température variant entre 40°C et 80°C reste relativement linéaire avec des pentes qui ont tendance à diminuer lorsque la température augmente, ce qui est plus particulièrement visible après la température de

transition vitreuse (Figure 165). La courbe maîtresse résultante, représentée en Figure 166, est donc de forme assez linéaire avec une pente pas trop marquée, cela peut déjà nous donner une première indication sur la sensibilité du module élastique du PA11 aux sollicitations dynamiques, la partie élastique du matériau semble avoir une légère sensibilité à l'augmentation avec les sollicitations dynamiques mais cela semble modéré.

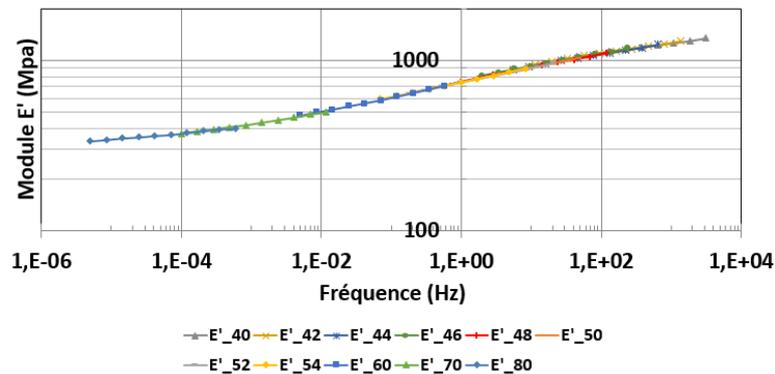


Figure 166 Courbe maîtresse pour un échantillon de PA11 ( $T_0=48^\circ\text{C}$ )

Dans un premier temps, les coefficients de glissement ont été ajustés manuellement pour établir la courbe maîtresse du PA11. Ensuite, l'équation WLF a été employée pour déterminer les coefficients propres au PA11,  $C_1$  et  $C_2$ . Le calcul de ces paramètres de la loi WLF a été réalisé au moyen d'un script Python d'optimisation non linéaire visant à minimiser l'écart entre les données expérimentales et la fonction basée sur l'équation WLF. La température de référence utilisée dans cette formule WLF a été fixée à  $48^\circ\text{C}$ , correspondant à la valeur de la température de transition vitreuse. Les valeurs obtenues pour ces paramètres se sont avérées être  $C_1=14.31$  et  $C_2=40.07$ , ces valeurs étant relativement proches des valeurs conventionnelles obtenues lors des travaux antérieurs de William, Landel et Ferry, soit  $C_1=17.4$  et  $C_2=51.6$  [155]. Une analyse plus détaillée des courbes (Figure 167) a révélé que l'équation WLF décrit adéquatement les valeurs du coefficient de glissement entre  $40^\circ\text{C}$  et  $52^\circ\text{C}$ , avant de s'écarter légèrement des valeurs ajustées manuellement.

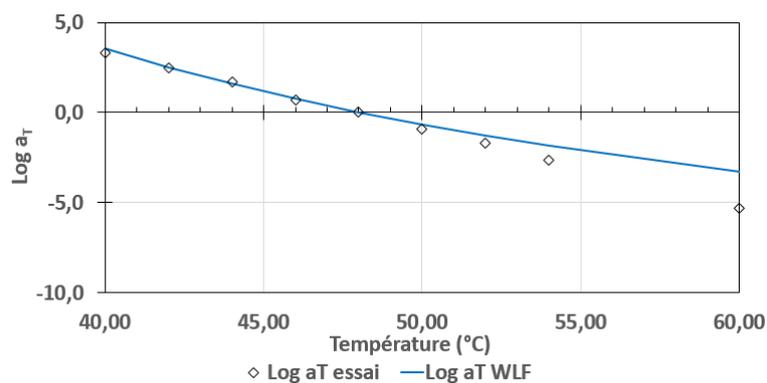


Figure 167 Évolution du facteur de glissement pour un échantillon de PA11 ( $T_0=48^\circ\text{C}$ )

### V.2.2.2. Résine ELIUM 188 XO

Les conditions expérimentales sont identiques à celle utilisée pour le polymère PA11, seules les dimensions des échantillons et la plage de températures diffèrent. Les échantillons d'ELIUM présentent une longueur utile de 40mm avec une épaisseur de 1.96mm et une largeur de 3.44mm.

La plage de température se situe entre 30°C et 120°C avec une série d'essais plus importante autour de la température de référence, température de référence choisie à 99°C ce qui correspond à la température de transition vitreuse.

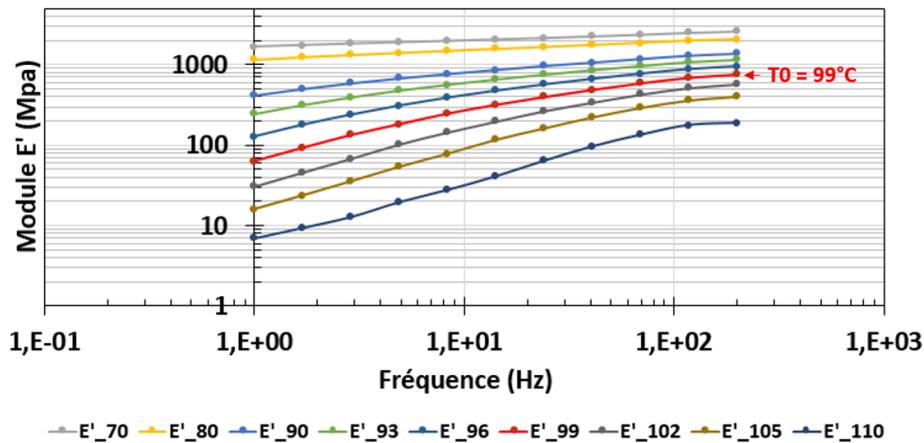


Figure 168 Évolution du module de conservation de l'ELIUM dans des conditions isothermes en fonction de la fréquence de sollicitation

Lors de l'analyse de l'évolution du module de conservation de l'ELIUM lors des balayages en fréquence, des variations significatives ont été remarquées dans la forme des courbes à mesure que la température augmentait. À des températures inférieures à 80°C, l'évolution du module en fonction de la fréquence présente une tendance relativement linéaire avec une pente modérée, mais cette tendance devient plus non linéaire au-delà de 90°C, avec une augmentation plus marquée du module élastique (Figure 168Figure 169). La courbe maîtresse obtenue (Figure 169), révèle donc une allure non linéaire, caractérisée par une pente plus accentuée par rapport à celle observée lors de la caractérisation du PA11. Il semble ainsi que la partie élastique de la résine ELIUM soit plus sensible aux sollicitations dynamiques.

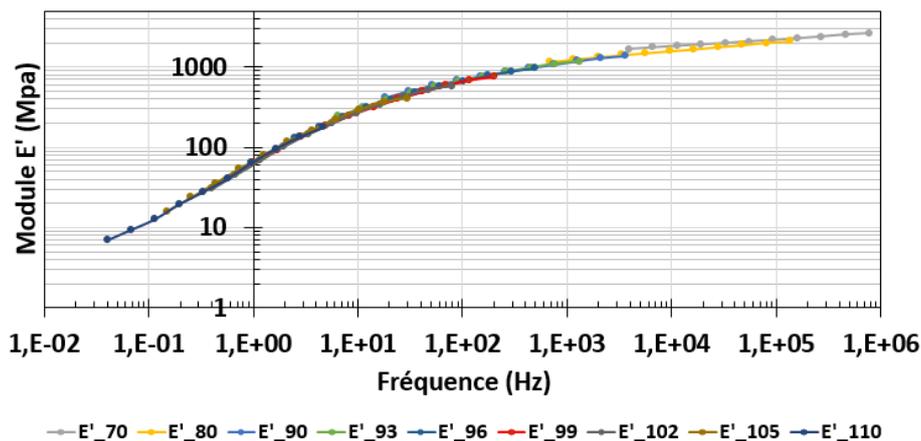


Figure 169 Courbe maîtresse pour un échantillon d'ELIUM ( $T_0=99^\circ\text{C}$ )

Les coefficients  $C_1$  et  $C_2$  ont été déterminés à l'aide du même script Python utilisé précédemment pour le polymère PA11. Les valeurs obtenues pour ces coefficients sont respectivement de 19.6 et 69.5 pour  $C_1$  et  $C_2$ , des résultats qui s'accordent avec ceux trouvés dans l'étude menée par Akay et Rollins [157] sur le PMMA où  $C_1=21.8$  et  $C_2=72.6$ . Une constatation intéressante se dégage de

cette analyse : il existe une corrélation notable entre les coefficients de glissement évalués manuellement et ceux extraits de manière analytique. Comme constaté sur la Figure 170, cette relation se manifeste de manière significative, surtout dans la plage de températures comprise entre 90°C et 105°C.

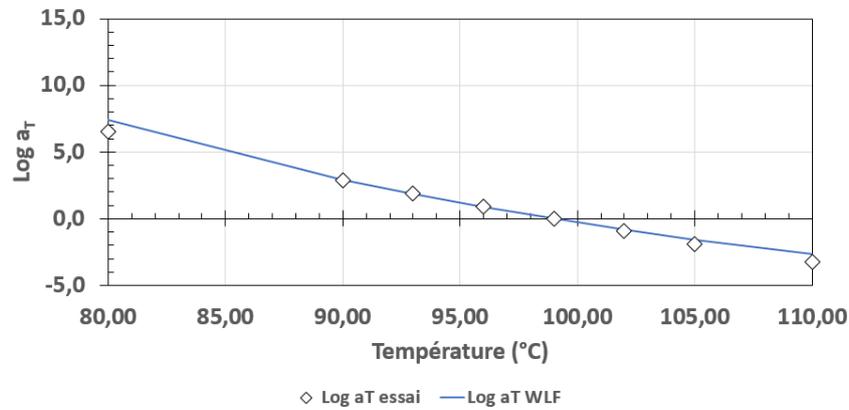


Figure 170 Évolution du facteur de glissement pour un échantillon d'ELIUM ( $T_0=99^\circ\text{C}$ )

### V.3. Estimation de la sensibilité à la vitesse de déformation par DMA

L'analyse mécanique dynamique (DMA) représente également une méthode courante pour appréhender l'influence de la vitesse de déformation sur les matériaux. Elle offre une simplicité d'exécution par rapport aux essais conventionnels dynamiques avec des machines servo-hydrauliques spécifiques, des tours de chutes ou des dispositifs Split Hopkinson Pressure Bar (SHPB) qui requièrent de plus des équipements de mesures complexes comme des jauges de déformation ou des méthodes de suivi optiques par Corrélation d'Images Numériques (Digital Image Correlation, DIC). La DMA nécessite simplement de petits spécimens fins et un instrument dédié, offrant ainsi des mesures aisées concernant la dépendance à la vitesse de déformation et à la température. Cette technique, bien que pratique pour une première analyse, présente des limites en termes d'amplitude des déplacements applicables aux échantillons, ne permettant pas d'atteindre le point de rupture et restant donc généralement dans la plage élastique des matériaux étudiés. En conséquence, l'obtention de la courbe contrainte-déformation complète ne peut être réalisée qu'avec des équipements spécifiques, comme le SHPB ou des essais sur tours de chute.

Les travaux de Mulliken et Boyce [123] ont ainsi proposé une méthodologie fondée sur les analyses DMA en proposant une équivalence entre la fréquence de sollicitation et la vitesse de déformation moyenne équivalente. Leur objectif principal était de développer une méthode expérimentale pour prédire le module d'élasticité de polymères amorphes tels que le polycarbonate (PC) et le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) à des vitesses de déformation non accessibles via la DMA, ouvrant ainsi la porte à une analyse plus étendue des matériaux dans des gammes de vitesses de déformations supérieures. Ainsi, ils ont établi un modèle analytique basé sur des principes physiques pour anticiper le comportement des polymères thermoplastiques en relation avec la température et la vitesse de déformation. Ce modèle intègre les températures de transitions vitreuses et de transitions secondaires  $\beta$  comme paramètres principaux. Ces résultats ont été confrontés à des données SHPB provenant d'essais dynamiques aux vitesses de déformation équivalentes, offrant une approche prometteuse pour mieux appréhender les propriétés élastiques

des matériaux. Dans leur étude, une des hypothèses fondamentales repose sur la nature sinusoïdale du chargement lors des essais DMA et la linéarité de l'augmentation de la déformation sur un quart de cycle de chargement. Cela permet de calculer aisément la vitesse de déformation moyenne en divisant l'amplitude de déplacement connue  $d_0$  par la longueur de jauge de l'échantillon  $L_0$ , le tout rapporté à la fréquence de sollicitation.

$$\dot{\epsilon} = \frac{\frac{d_0}{L_0}}{\frac{1}{4} \frac{1}{f}} = 4f \frac{d_0}{L_0}$$

Plöckl et al [100] ont employé la méthodologie élaborée par Mulliken et Boyce pour évaluer la sensibilité du PA6 à la vitesse de déformation. Ils ont initié leurs expériences avec une machine de DMA, puis ont poursuivi avec un dispositif de caractérisation de type Hopkinson. Leurs observations ont révélé une augmentation graduelle et linéaire du module d'élasticité depuis les essais quasi-statiques à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à  $10^2 \text{ s}^{-1}$ , suivie d'une croissance substantielle à des vitesses entre  $10^2 \text{ s}^{-1}$  et  $10^3 \text{ s}^{-1}$  (Figure 171). Ils ont constaté que le module en quasi-statique, mesuré à 2200 MPa, s'est progressivement élevé à 2420 MPa à  $1600 \text{ s}^{-1}$ , représentant une augmentation d'environ 10 %. Ces conclusions sont en accord avec les observations obtenues grâce au dispositif SHPB pour des vitesses de déformation allant jusqu'à environ  $200 \text{ s}^{-1}$ . Cela suggère une cohérence entre les deux méthodes expérimentales dans cette plage spécifique de vitesses de déformation.

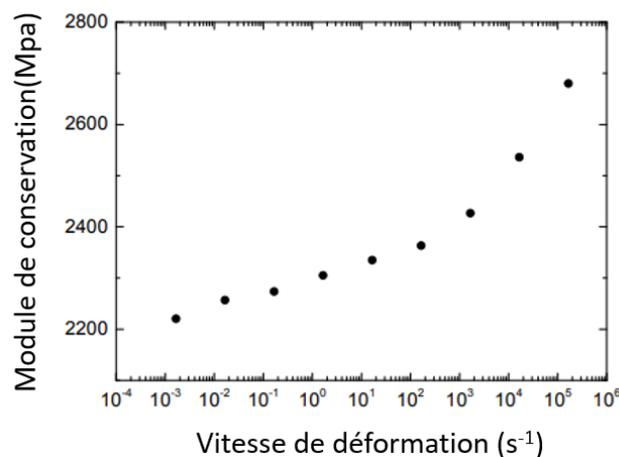


Figure 171 : prédiction du module de conservation du PA6 à température ambiante en fonction de la vitesse de déformation selon la méthode de Mulliken & Boyce [100]

Une méthode pour élargir les plages des fréquences et donc des vitesses de déformations équivalentes proposées par Mulliken et Boyce consiste à employer le concept de superposition temps-température. Malgré son application répandue dans l'étude des polymères, la méthode de superposition temps-température est parfois employée pour explorer la sensibilité à la vitesse de déformation des composites [124], [125].

Les essais dynamiques sur les tours de chutes visent à caractériser les matériaux pour des vitesses de déformation élevées, avec un objectif de  $100 \text{ s}^{-1}$ . Il est prévu d'extrapoler les résultats d'Analyse Mécanique Dynamique (DMA), obtenus entre  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , en utilisant des fonctions appropriées pour estimer l'évolution du module de conservation dans cette même gamme de

valeurs. L'objectif de cette démarche est de vérifier sa cohérence en comparant les résultats obtenus par cette méthode avec ceux mesurés lors des caractérisations à l'aide des tours de chutes.

### V.3.1. Etudes des polymères seuls

L'évolution du module de conservation des deux polymères a été effectué sur une plage de fréquence s'étendant de 1 Hz à 200 Hz à température ambiante. Les échantillons utilisés présentent une longueur utile de 40 mm, et le déplacement dynamique appliqué est de 5  $\mu\text{m}$ . Ainsi, la vitesse de déformation équivalente pour une fréquence de 1 Hz est de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , tandis que celle pour une fréquence de 200 Hz atteint  $1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Lors des balayages en fréquence, des pics apparaissent autour de 100 Hz, attribués à des phénomènes de résonance induits par les limites hautes de fréquence de l'équipement utilisé. Pour atténuer ces fluctuations, une courbe d'interpolation est parfois ajoutée afin de lisser les données, ou bien l'analyse de l'évolution des modules de conservation dans les zones de résonance est simplement omise.

#### V.3.1.1. Le polyamide 11 (PA11)

L'évolution du module de conservation du PA11 en fonction de la vitesse de déformation dévoile une tendance relativement linéaire, caractérisée par une pente modérée (Figure 172). Il est à noter que le module de conservation affiche une valeur de 1498 MPa pour un taux de déformation de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , augmentant de 3 % à 1542 MPa pour un taux de déformation de  $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , puis de 7 % à 1593 MPa pour un taux de  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Cette augmentation progressive du module de la partie élastique du polymère PA11 reste assez modeste sur l'ensemble des deux décades étudiées, une tendance qui s'aligne avec les observations précédentes sur l'équivalence temps-température de ce matériau.

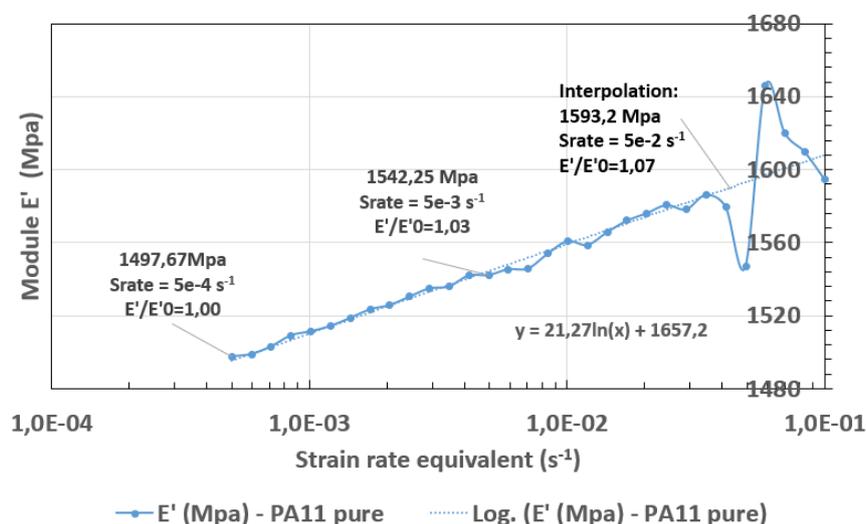


Figure 172 Évolution du module élastique du PA11 pour de vitesses de déformations comprises entre  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

L'extrapolation des résultats DMA pour le PA11, observés entre  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , visant à estimer l'évolution du module de conservation à une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$ , est illustrée à la Figure 173. L'extrapolation logarithmique indique un module de conservation estimé à 1745 MPa (Figure 173). Cette évolution, modérée, est de l'ordre de 17%.

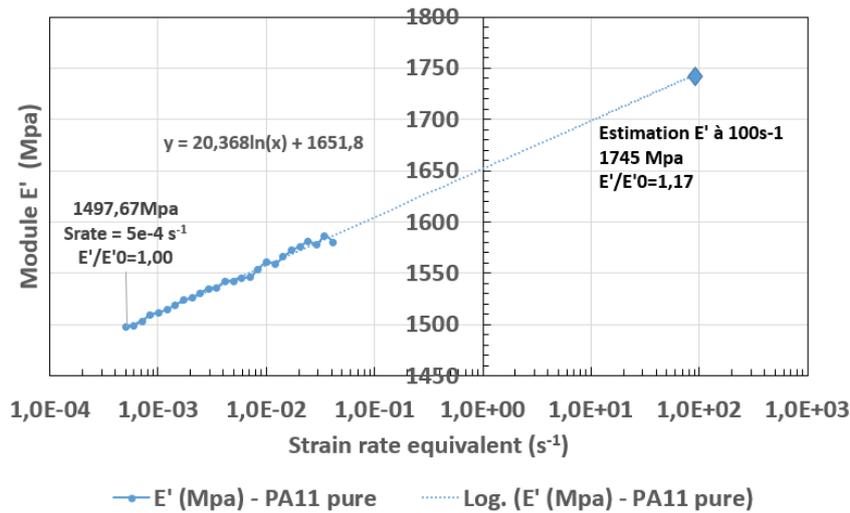


Figure 173 Estimation de l'évolution du module élastique du PA11 pour une vitesse de déformation de 100s<sup>-1</sup>

### V.3.1.2. La résine ELIUM 188 XO

L'évolution de la partie élastique de la résine ELIUM 188 XO se dessine également de manière linéaire dans la représentation à échelle logarithmique (Figure 174), tout comme celle observée pour le PA11. En observant le module de conservation, à une vitesse de déformation de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , il atteint 3201 MPa, puis augmente de 12% à 3580 MPa pour une vitesse de déformation de  $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , pour finalement atteindre 4025 MPa à une vitesse de déformation de  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Comparativement au PA11, l'augmentation du module de conservation pour la résine ELIUM est nettement plus marquée, avec une progression de 27% par rapport aux 7% du PA11 sur la même plage de vitesses de déformation.

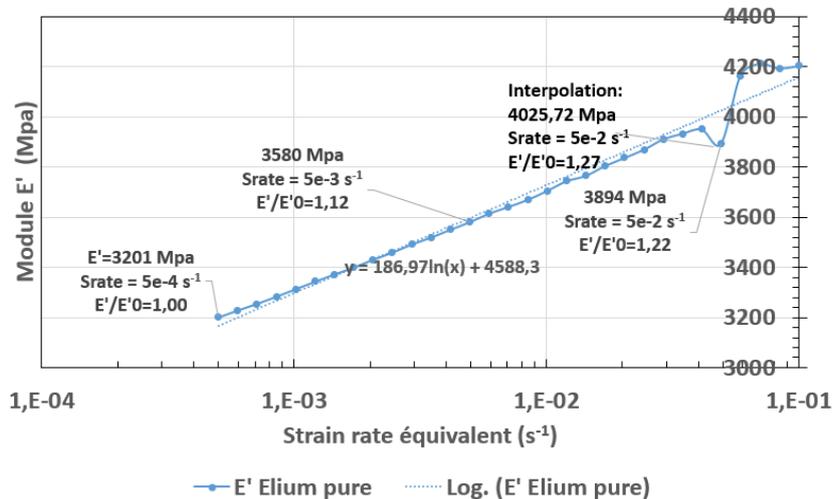


Figure 174 Évolution du module élastique de l'ELIUM pour de vitesses de déformations comprises entre  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Les observations effectuées sur l'évolution du module de conservation de la résine ELIUM 188 XO, dans la plage de vitesses de déformation de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  laissent envisager une augmentation significative pour une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$ . L'extrapolation graphique suggère en effet que le module élastique atteindra 5449 Mpa à cette vitesse, soit une augmentation

de 70% (Figure 175). Cette augmentation est cohérente avec celle observée pour des sollicitations similaires sur le PMMA [82].

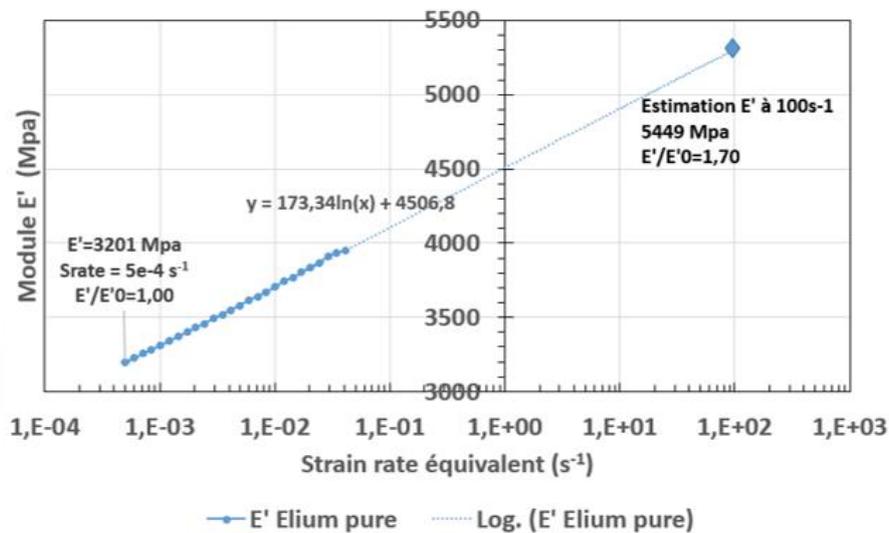


Figure 175 Estimation de l'évolution du module élastique de l'ELIUM pour une vitesse de déformation de  $100s^{-1}$

### V.3.2. Etudes des fibres seules

L'application des analyses de DMA, bien que plus courante sur les polymères, offre un intérêt à explorer pour évaluer la réactivité des fibres individuelles face à la vitesse de déformation. Cette approche vise également à obtenir une autre perspective sur les valeurs du module d'élasticité des fibres par le biais de la DMA. Pour caractériser les fibres seules sur cet appareil, l'aspect primordial consiste à les étirer correctement pour garantir une tension adéquate et évaluer précisément leurs propriétés mécaniques. Cependant, cette tension nécessite l'application d'un déplacement statique supplémentaire en plus du déplacement dynamique, tout en veillant à ne pas sur-solliciter les fibres pour éviter toute altération. De plus, pour assurer une sollicitation complète des fibres techniques de lin et de basalte, un adhésif cyanoacrylate est utilisé aux extrémités, tandis que le bambou, grâce à sa forme rubanée, ne requiert pas cet ajout. Il est important d'aborder les résultats obtenus avec prudence avant de les comparer à ceux obtenus par d'autres méthodes de caractérisation, à la fois statiques et dynamiques. Afin de minimiser les interférences dues aux phénomènes de résonance sur l'équipement DAM100+ et pour obtenir des données non altérées dans la plage de fréquences allant de 1 Hz à 200 Hz, nous avons opté pour l'utilisation d'un équipement plus avancé, le Métravib, capable d'étendre les analyses jusqu'à 1000 Hz. Cet équipement, similaire au DMA100+, est développé par la même société et offre une plage de fréquences plus étendue, ce qui nous permet d'explorer les réponses des fibres dans des gammes de fréquences plus élevées, repoussant ainsi les limites des problèmes de résonance rencontrés avec l'appareil précédent.

#### V.3.2.1. Les rubans de bambou

L'étude de l'évolution du module de conservation en fonction des fréquences de sollicitation a été réalisée sur des échantillons de ruban de bambou présentant des dimensions spécifiques, avec une longueur utile de 16 mm, une largeur de 4.7 mm et une épaisseur de 0.5 mm. Ces essais ont été menés à température ambiante, explorant une plage de fréquences allant de 1 Hz à 1000 Hz. Deux

essais successifs ont été réalisés sur le même échantillon sans ajustement intermédiaire afin d'évaluer l'impact des chargements précédents sur le module d'élasticité. L'échantillon a été soumis à une déformation initiale estimée à 0.3 %, induite par un déplacement statique de 50  $\mu\text{m}$  associé à un déplacement dynamique de 5  $\mu\text{m}$ . Malgré la réalisation des essais jusqu'à 1000 Hz, seuls les résultats obtenus dans la plage de fréquences de 1 Hz à 200 Hz sont exploitables, au-delà de laquelle des phénomènes de résonance compromettent la fiabilité des données. Les vitesses de déformation correspondantes se situent alors entre  $1.38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $2.74 \text{ s}^{-1}$ . Comme le montre la Figure 176, on constate une augmentation significative du module initial entre les deux essais effectués sur le même échantillon, suggérant une probable réorganisation des fibres de bambou au sein du ruban. Cette augmentation, mesurée à une fréquence de 10 Hz, atteint environ 9 %. Le module de conservation obtenu lors du deuxième essai s'élève à 8231 MPa, une valeur cohérente avec les résultats des recherches antérieures menées par Richmond [28], qui estiment le module d'Young moyen autour de 10000 MPa. Cette analyse met en lumière une augmentation linéaire du module d'élasticité du ruban de bambou dans la plage étudiée. On observe une hausse de 2 % sur la première décade, suivie d'une augmentation de 5 % sur la seconde décade, correspondant à une vitesse de déformation de  $2.74 \text{ s}^{-1}$ .

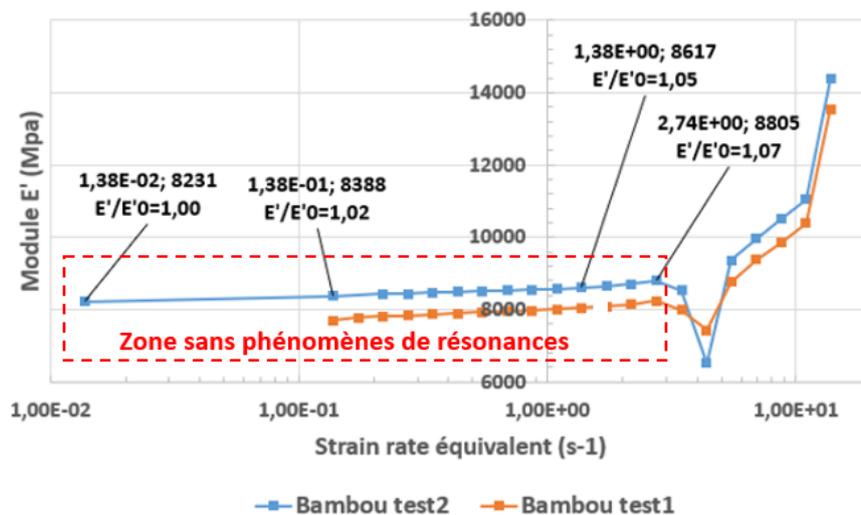


Figure 176 Évolution du module élastique d'un ruban de bambou pour de vitesses de déformations comprises entre  $1.38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $2.74 \text{ s}^{-1}$

En extrapolant les données expérimentales issues des tests effectués sur les rubans de bambou à des vitesses de déformation allant de  $1.38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $2.74 \text{ s}^{-1}$ , on estime le module d'élasticité de ces rubans pour une vitesse de déformation théorique de  $100 \text{ s}^{-1}$ . Les courbes obtenues présentent une tendance croissante du module en fonction de la vitesse de déformation, avec une augmentation de 13 % lors du premier essai et de 10 % lors du second essai (Figure 177). Cette observation suggère une sensibilité légèrement croissante du module d'élasticité du ruban de bambou par rapport à la vitesse de déformation. Cette tendance mérite d'être confirmée lors des futurs tests de caractérisation, notamment par des machines statiques et des tours de chute, pour valider ces résultats et comprendre davantage le comportement mécanique des rubans de bambou.

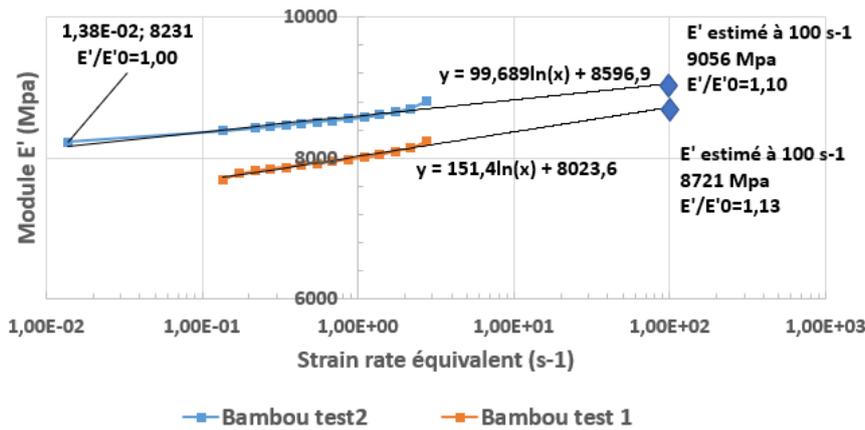


Figure 177 Estimation de l'évolution du module élastique d'un ruban de bambou pour une vitesse de déformation de 100s<sup>-1</sup>

### V.3.2.2. Les fibres techniques de lin

Les fibres techniques de lin ont été étudiées via un balayage en fréquence couvrant une plage allant de 1 Hz à 1000 Hz. Les échantillons constitués d'une fibre technique, d'une longueur de 19 mm, sont soumis à des déplacements statiques de 50 μm accompagnés de déplacements dynamiques de 5 μm, induisant ainsi une déformation initiale d'environ 0.29%. Les vitesses de déformation équivalentes, calculées pour convertir les fréquences de sollicitation, varient entre 1.16 10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> et 11.6 s<sup>-1</sup>. Trois essais consécutifs ont été menés sur un même échantillon pour évaluer l'impact des charges précédentes sur le module d'élasticité du matériau, résultats illustrés dans la Figure 178. La première observation notable réside dans l'accroissement du module d'élasticité entre les trois essais successifs. Cette augmentation laisse supposer que chaque essai réoriente les fibres unitaires dans le sens des sollicitations, entraînant ainsi une élévation du module de conservation de l'échantillon. De plus, cette hausse confirme l'absence de dommages induits par les sollicitations appliquées à l'échantillon. Le module d'élasticité initial de l'échantillon est mesuré à 17182 Mpa lors du premier essai, passant ensuite à 18468 Mpa lors du second pour atteindre 19015 Mpa lors du dernier essai. Les trois courbes illustrant l'évolution du module de conservation présentent un profil similaire, démontrant une tendance à la stabilité, voire à une légère décroissance. Les résultats des essais 2 et 3 révèlent une diminution du module d'élasticité d'environ 2% et 3%, respectivement.

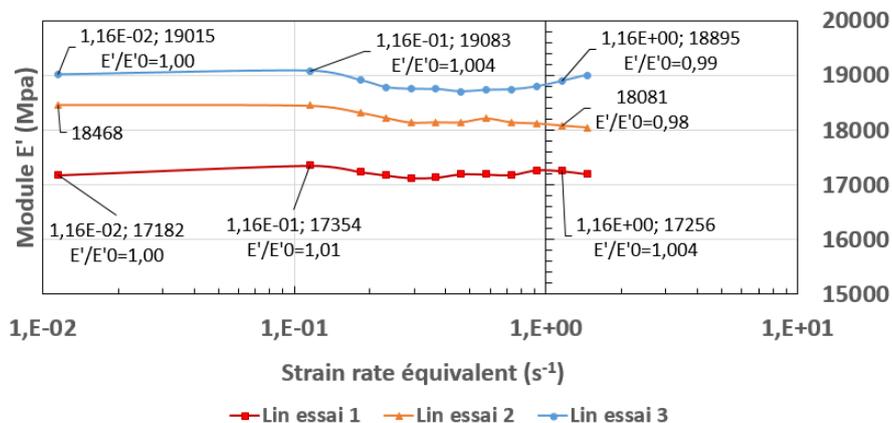


Figure 178 Évolution du module élastique d'une fibre technique de lin pour de vitesses de déformations comprises entre 1.16 10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> et 1.46 s<sup>-1</sup>

En utilisant les mesures expérimentales du module d'élasticité pour des vitesses de déformation comprises entre  $1.16 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  à  $1.16 \text{ s}^{-1}$ , les extrapolations à des vitesses de déformation de l'ordre de  $100 \text{ s}^{-1}$ , présentées en Figure 179, suggèrent une légère diminution du module de conservation. Cette diminution est estimée à -4% et -2% respectivement pour les courbes extrapolées du deuxième et du troisième essai, tandis que le premier essai indique une stabilité du module. Ces premières estimations suggèrent que les fibres techniques de lin ne manifestent pas une grande sensibilité à la vitesse de déformation, voire montrent une tendance à une diminution modérée du module de conservation, comme révélé par les mesures effectuées avec le dispositif DMA.

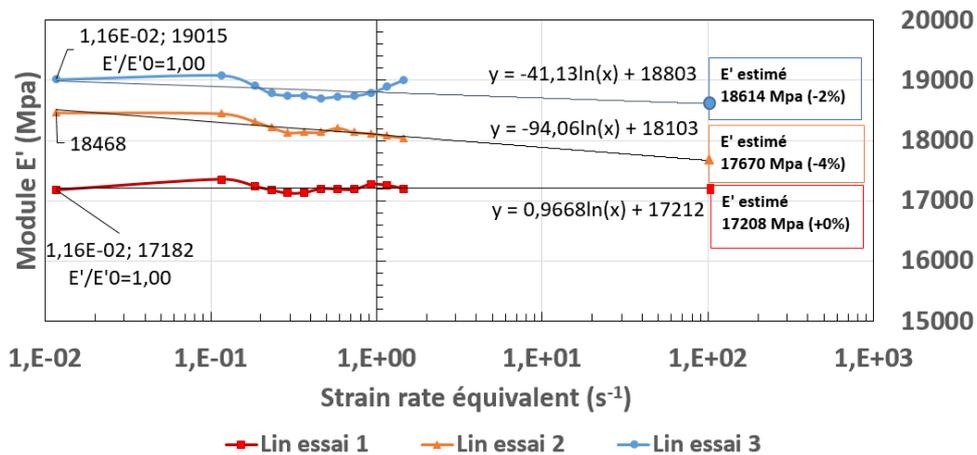


Figure 179 Estimation de l'évolution du module élastique d'une fibre technique de lin pour une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$

### V.3.2.3. Les fibres techniques de basalte

Les éprouvettes conçues pour la caractérisation des fibres techniques de basalte présentent une longueur de 35 mm entre les mors de serrage et sont constituées d'une fibre technique de basalte. La sollicitation est effectuée avec un déplacement statique de  $50 \mu\text{m}$  pour tendre l'échantillon, suivi d'un déplacement dynamique de  $5 \mu\text{m}$ . Le niveau de déformation théorique dans les fibres est donc estimé à 0.16 %. Deux essais consécutifs ont été menés sur le même échantillon pour évaluer l'influence des charges précédentes sur le module initial. Il apparaît clairement sur les courbes présentées en Figure 180 que ce module élastique initial augmente entre les deux essais, suggérant que l'assemblage des torons pour créer l'éprouvette a occasionné un désalignement de certaines fibres par rapport à l'axe de sollicitation de la machine. Le premier essai semble réaligner ces fibres. L'augmentation significative du module d'élasticité entre les deux essais est frappante : le module mesuré lors du premier essai est de 45503 MPa, atteignant 57286 MPa lors du second essai, soit une augmentation de 25 %. Les profils des courbes d'évolution du module de conservation des échantillons de basalte sont similaires, avec une légère augmentation du module, environ 4 %, entre les vitesses de déformation de  $6.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à  $1.30 \text{ s}^{-1}$ .

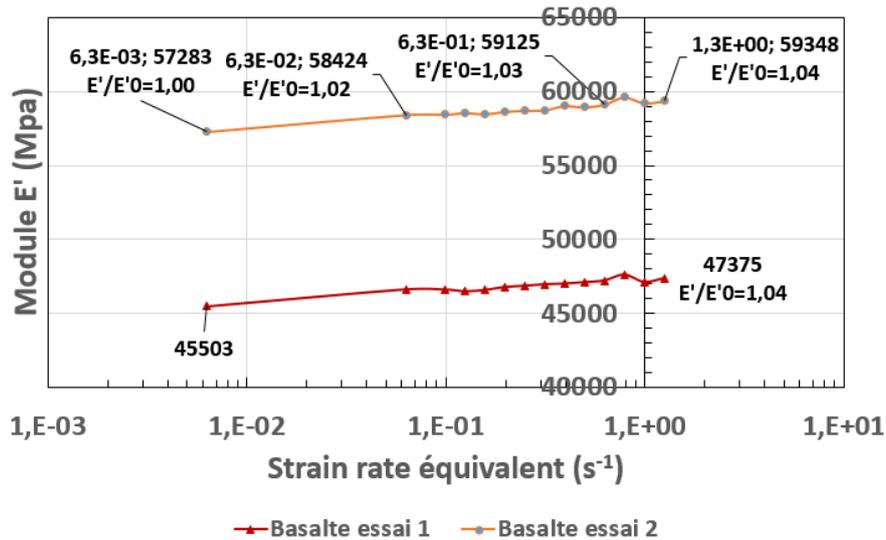


Figure 180 Évolution du module élastique d'une fibre technique de basalte pour de vitesses de déformations comprises entre  $6.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $1.3 \text{ s}^{-1}$

Pour estimer le module de conservation des fibres de basalte pour une vitesse théorique de  $100 \text{ s}^{-1}$ , une extrapolation de type logarithmique a été employée, illustrée dans la Figure 181. Cette méthode prévoit une augmentation de l'ordre de 7 % à 8 %. Ces résultats suggèrent que la fibre de basalte présente une sensibilité relativement limitée à la vitesse de déformation jusqu'à  $100 \text{ s}^{-1}$ , du moins en ce qui concerne son module d'élasticité.

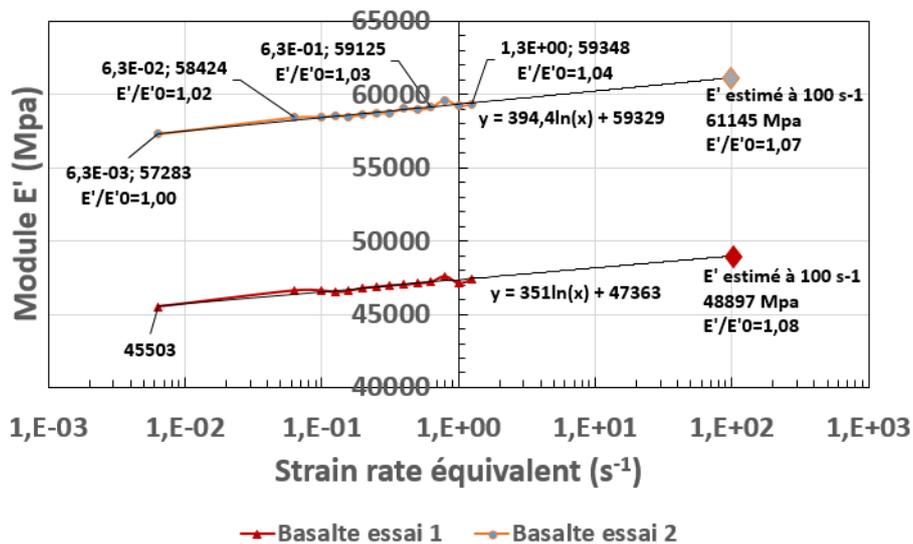


Figure 181 Estimation de l'évolution du module élastique d'une fibre technique de basalte pour une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$

### V.3.3. Etudes des composites

Après avoir caractérisé individuellement les polymères ainsi que les renforts, la méthodologie a été étendue aux composites constitués de 8 plis orientés à  $0^\circ$  sur le dispositif DMA100+. Cette démarche visait à obtenir une première estimation des modules d'élasticité des composites et à appréhender leur sensibilité potentielle à la vitesse de déformation. Il est important de souligner que ces informations sont sujettes à des nuances. Les échantillons, plus petits que les éprouvettes

conventionnelles, peuvent présenter des défauts localisés qui pourraient impacter les modules mesurés. De même, le serrage des échantillons sur le dispositif DMA peut influencer les rigidités mesurées lors des essais. Malgré la conformité aux spécifications de la machine en termes de dimensions et de raideur des échantillons, des phénomènes de résonance ont été observés, similaires à ceux constatés lors des essais sur les résines et les fibres seules. Ainsi, les résultats présentés dans ce contexte se concentrent sur les plages de fréquence et donc de vitesses de déformation où ces phénomènes parasites sont absents, garantissant ainsi la fiabilité des données utilisées. Les composites, du fait de leur rigidité initiale élevée, requièrent uniquement un chargement par déplacement dynamique, contrairement aux essais sur les fibres seules qui demandaient à la fois un déplacement statique et dynamique.

### V.3.3.1. Composites à renforts de bambou

Les échantillons des composites renforcés de bambou, orientés à  $0^\circ$  et fabriqués avec la résine ELIUM, ont été soumis à des sollicitations par déplacement dynamique de  $10 \mu\text{m}$  sur une plage de fréquence allant de 1 Hz à 100 Hz. Les éprouvettes, de forme rectangulaire, affichent une longueur utile de 40 mm, une largeur de 3.7 mm et une épaisseur de 2.9 mm. La déformation théorique mesurée dans ces échantillons est de l'ordre de 0.03%. Les résonances se sont manifestées dès 40 Hz, limitant ainsi la plage de fréquence exploitée pour étudier ce composite. À 1 Hz, le module d'élasticité mesuré s'élève à 10966 MPa, correspondant à une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , avant d'atteindre 11315 MPa à  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , marquant une augmentation de 3%. En extrapolant de manière logarithmique, l'estimation du module d'Young de ce composite à une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$  donne une valeur de 12150 MPa, traduisant une augmentation de 11%.

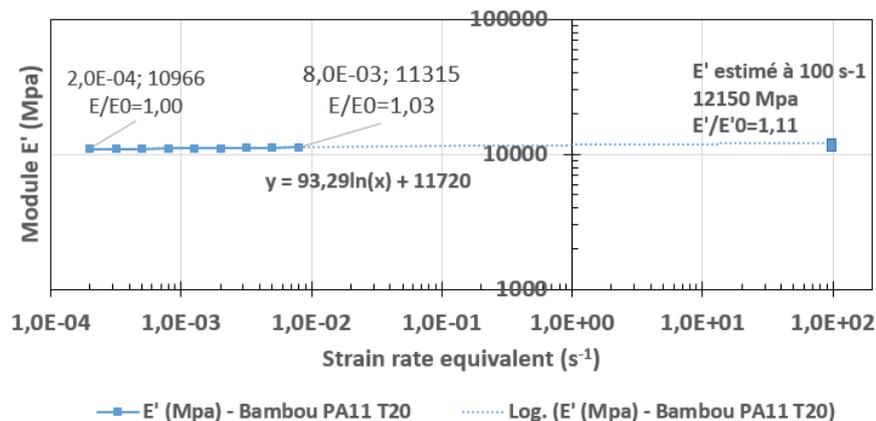


Figure 182 Évolution du module élastique d'un composite Bambou/Elium ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec estimation à  $100 \text{ s}^{-1}$

Les échantillons des composites à base de bambou, orientés à  $0^\circ$  et fabriqués avec le polymère PA11, ont subi des sollicitations par un déplacement dynamique de  $10 \mu\text{m}$  sur une plage de fréquence allant de 1 Hz à 100 Hz. Les dimensions rectangulaires des éprouvettes affichent une longueur utile de 40 mm, une largeur de 3.7 mm et une épaisseur de 1.8 mm. La déformation attendue pour ces échantillons tourne autour de 0.03%. Comme pour le composite à base de bambou et de résine ELIUM, des phénomènes de résonance sont apparus dès 40 Hz, restreignant la plage de fréquence exploitable pour cette étude. À 1 Hz, le module d'élasticité mesuré se situe à 12686 MPa, correspondant à une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , avant d'atteindre 13262 MPa

à  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , ce qui représente une augmentation de 3%. En extrapolant de manière logarithmique, l'estimation du module d'Young pour ce composite à une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$  se chiffre à 14618 MPa, soit une augmentation de 15%.

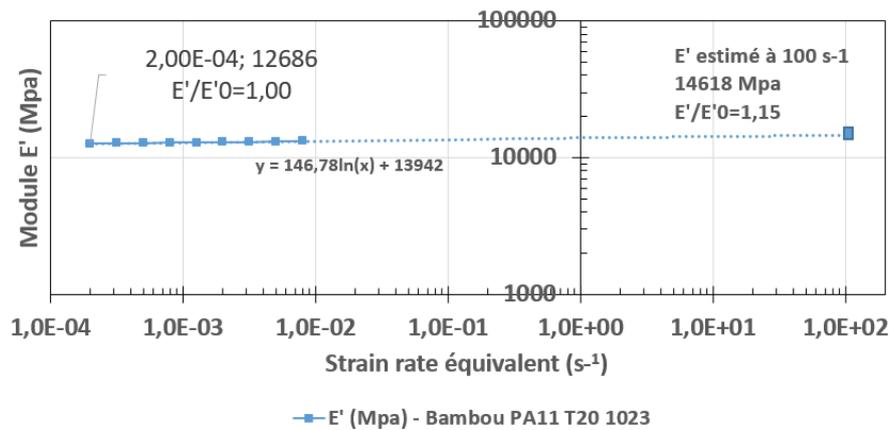


Figure 183 Évolution du module élastique d'un composite Bambou/PA11 ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec estimation à  $100 \text{ s}^{-1}$

### V.3.3.2. Composites à renforts de lin

L'échantillon composite, constitué de fibres de lin et de résine ELIUM, est soumis à un déplacement dynamique de  $5 \mu\text{m}$ . L'éprouvette mesure 68 mm entre les mors, possède une largeur de 10 mm et une épaisseur de 2.8 mm, engendrant une déformation théorique d'environ 0.01%. Cependant, la plage de fréquence sans résonance de la machine se limite entre 1 Hz et 50 Hz. Le module initial du composite, composé de 8 plis de fibres techniques de lin orientés à  $0^\circ$  et de résine, est mesuré à 12644 MPa pour une vitesse de déformation de  $2.9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Il connaît une augmentation de 5% en atteignant 14010 MPa à une vitesse de déformation de  $1.2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . L'extrapolation de cette courbe à une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$  prédit une augmentation de 17% du module d'élasticité du composite, portant sa valeur à 14767 MPa.

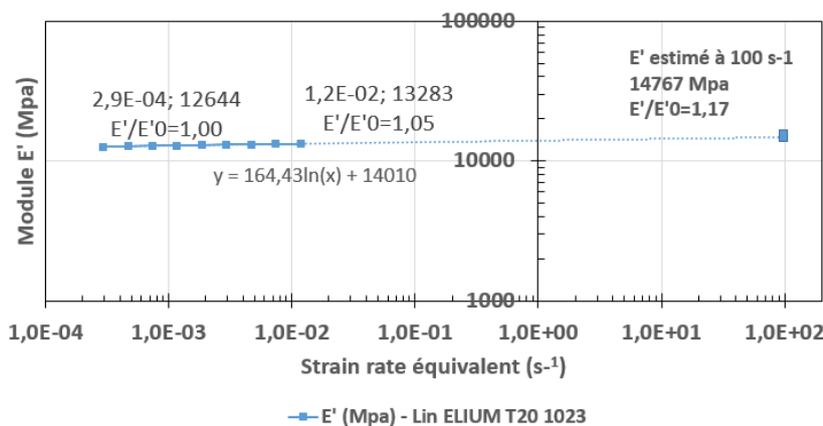


Figure 184 Évolution du module élastique d'un composite Lin/Elium ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre  $2.9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1.2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  avec estimation à  $100 \text{ s}^{-1}$

L'éprouvette composite en fibres de lin et polymère PA11 est sollicitée par un déplacement dynamique de  $5 \mu\text{m}$ , elle présente une longueur entre les mors de 68 mm, une largeur de 10 mm et une épaisseur de 2.3 mm. La déformation théorique de l'échantillon atteint alors 0.01%. Encore

une fois, la plage de fréquence dans laquelle les mesures ne sont pas altérées par les résonances de la machine se limite à la plage allant de 1 Hz à 40 Hz. Le module initial du composite, est mesuré à 16910 MPa pour une vitesse de déformation de  $2.9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , et il augmente de 4%, atteignant 17643 MPa pour une vitesse de déformation de  $1.2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Lorsque la courbe est extrapolée pour une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$ , on anticipe une hausse d'environ 13% du module d'élasticité du composite, le portant ainsi à une estimation de 19119 MPa.

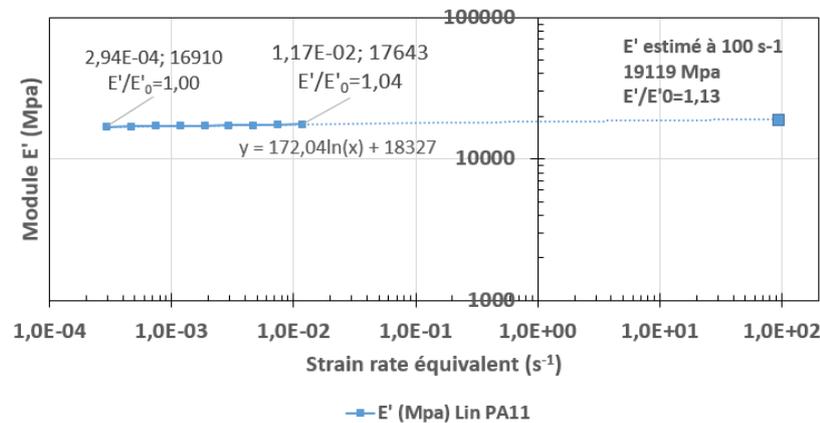


Figure 185 Évolution du module élastique d'un composite Lin/PA11 ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre  $2.9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1.2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  avec estimation à  $100 \text{ s}^{-1}$

### V.3.3.3. Composites à renforts de basalte

L'échantillon composite, élaboré à partir de fibres de basalte et de résine ELIUM, est soumis à un déplacement dynamique de  $5 \mu\text{m}$ . Ses dimensions, avec une longueur de 40 mm entre les mors, une largeur de 3.7 mm et une épaisseur de 2.3 mm, induisent une déformation théorique d'environ 0.013%. Cependant, la plage de fréquence sans résonance de la machine se cantonne entre 1 Hz et 75 Hz. Le module initial du composite est évalué à 23588 MPa pour une vitesse de déformation de  $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , affichant une valeur relativement faible par rapport aux modules individuels des fibres de basalte, du module de la résine, ainsi qu'en regard de la proportion volumique de la fibre. Ce module subit une hausse de 4%, atteignant 24542 MPa à une vitesse de déformation de  $3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . L'extrapolation de la courbe à une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$  prédit une augmentation de 11% du module d'élasticité du composite, portant sa valeur à 26180 MPa.

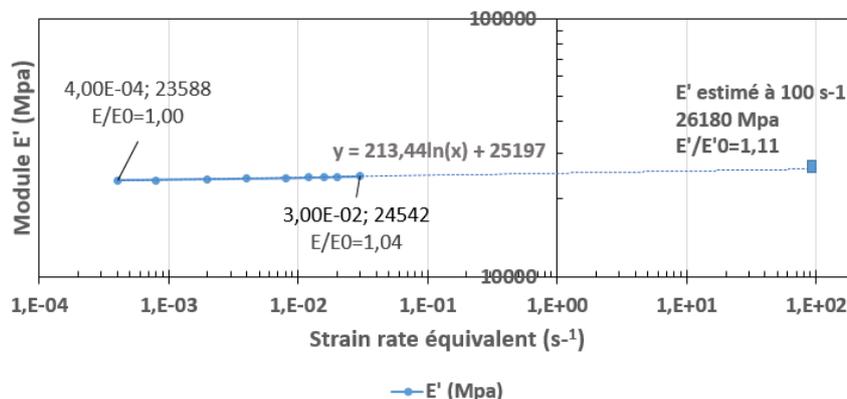


Figure 186 Évolution du module élastique d'un composite Basalte/Elium ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec estimation à  $100 \text{ s}^{-1}$

L'éprouvette composite en fibres de basalte et polymère PA11 est sollicitée par un déplacement dynamique de 5  $\mu\text{m}$ , elle présente une longueur entre les mors de 68 mm, une largeur de 10 mm et une épaisseur de 2.2 mm. La déformation théorique de l'échantillon atteint alors 0.01%. Encore une fois, la plage de fréquence dans laquelle les mesures sont exploitables se limite à la plage allant de 1 Hz à 50 Hz. Le module initial du composite, est mesuré à 22803 MPa pour une vitesse de déformation de  $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , ce qui semble un peu faible comme ce fut constaté également avec le composite à base de basalte et de résine ELIUM. Il augmente de 1.4%, atteignant 23129 MPa pour une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Lorsque la courbe est extrapolée pour une vitesse de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$ , on anticipe une hausse d'environ 4% du module d'élasticité du composite, le portant ainsi à une estimation de 23698 MPa.

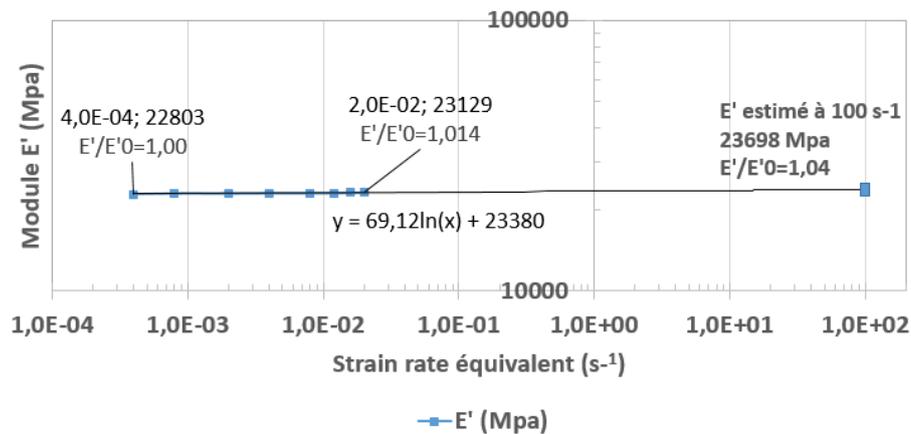


Figure 187 Évolution du module élastique d'un composite Basalte/PA11 ( $0^\circ$ ) pour de vitesses de déformations comprises entre  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec estimation à  $100 \text{ s}^{-1}$

## Bilan de la Partie V

Ce chapitre a permis de déterminer précisément les températures de transition vitreuse des deux thermoplastiques. Les analyses de l'évolution du module de conservation en fonction de ces polymères ont mis en évidence le caractère amorphe de la résine ELIUM et le caractère semi-cristallin du polymère PA11. L'application du principe de superposition temps-température a également révélé la sensibilité de la partie élastique des résines aux sollicitations dynamiques : la résine ELIUM montre une sensibilité nettement plus marquée que le polymère PA11. Une méthodologie basée sur un balayage en fréquence entre 1 Hz et 200 Hz à température ambiante, suivie de la conversion des fréquences de sollicitations en vitesses de déformation moyennes équivalentes selon les travaux de Mulliken et Boyce [123], a permis d'examiner la sensibilité à la vitesse de déformation des constituants et des composites à 0°. Ce balayage, extrapolé à des vitesses de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$ , a été comparé aux modules d'élasticité obtenus lors des essais sur tours de chute. Cette méthode a également mis en évidence l'augmentation prononcée du module de conservation de la résine ELIUM à des vitesses de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$ , une augmentation également observée pour le PA11, mais dans une moindre mesure, cohérente avec les observations du principe de superposition temps-température. Les renforts de bambou et de basalte indiquent une faible sensibilité à la vitesse de déformation, tandis que la fibre de lin ne semble pas montrer de sensibilité dans cette gamme de vitesses, voire une légère décroissance de son module de conservation. Pour les composites à 0°, l'augmentation du module de conservation est relativement sensible et comparable en termes de niveau, quelle que soit la fibre ou la résine, avec des augmentations comprises entre 5 % et 15 %.

## Partie VI. Méthodes expérimentales et numériques sélectionnées pour la caractérisation en dynamique rapide

Les objectifs de ce chapitre sont multiples. Tout d'abord, il vise à décrire les méthodes expérimentales et numériques sélectionnées pour effectuer les caractérisations dynamiques des différents matériaux. Après une présentation générale des essais dynamiques par tour de chute, qui détaille les spécificités de ces dispositifs ainsi que les problèmes rencontrés lors des caractérisations avec ce moyen d'essai, une description de la méthode d'identification inverse est proposée. La seconde partie de ce chapitre présente les deux tours de chute développées et employées pour nos travaux, ainsi que les modélisations associées. Enfin, nous procédons à la validation des modèles Abaqus Explicit, en nous appuyant sur une campagne expérimentale réalisée sur des éprouvettes en aluminium 2024T4.

La compréhension des réactions des matériaux face à des sollicitations quasi-statiques s'établit souvent à travers des essais mécaniques sur des échantillons géométriquement simples. Ces techniques, quoique simples, offrent une variété de sollicitations permettant d'étudier en profondeur le comportement des matériaux, y compris leur réaction en situation cyclique de charge et de décharge. Cependant, les applications telles que les crashes automobiles, les impacts aéronautiques et les études balistiques ont suscité un besoin croissant d'essais à grande vitesse. L'accomplissement et l'analyse de tels essais exigent une approche prudente. Les dispositifs expérimentaux en dynamique rapide sont souvent évalués selon leur capacité à générer différentes vitesses de déformation. Aucun appareil d'essai n'est capable de couvrir l'ensemble de la gamme de vitesses. Les vitesses de déformation observées lors de crashes automobiles et d'impacts sur avions varient généralement entre  $10 \text{ s}^{-1}$  et  $10^3 \text{ s}^{-1}$  [111], avec une prédominance autour de  $10^2 \text{ s}^{-1}$  pour les impacts produits par des collisions avec des oiseaux [112]. Comme illustré dans la Figure 188, les dispositifs de type tour de chute se révèlent particulièrement adaptés pour explorer les comportements des matériaux dans cette plage de vitesses de déformation [118], ce qui justifie leur utilisation dans nos travaux de caractérisation. À de telles vitesses, il est essentiel d'évaluer les effets des forces d'inertie sur les différentes parties sollicitées pendant les essais [108].

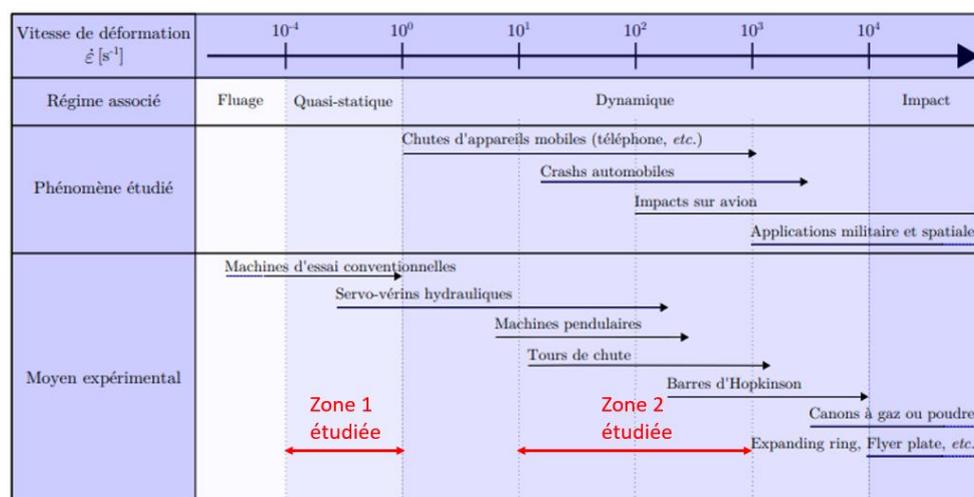


Figure 188 : relations entre les phénomènes examinés, les vitesses de déformation impliquées et les équipements expérimentaux engendrant ces vitesses de déformation, d'après [109], [110], [111]

## VI.1. Introduction aux essais sur tour de chute

Principalement dédiées aux tests de compression, les tours de chute permettent de mesurer principalement la capacité d'absorption d'énergie d'un matériau ou d'une structure mais également des propriétés mécaniques des spécimens. Avec des adaptations spécifiques, ces tours peuvent également appliquer une charge de traction sur l'échantillon. Pendant le test, la masse est soulevée à une certaine hauteur pour accumuler de l'énergie potentielle, puis relâchée, entraînant sa chute et son impact contre l'éprouvette. La vitesse maximale atteinte par la masse avant l'impact dépend principalement de la hauteur de chute, tout en étant influencée par des phénomènes de frottement, souvent observés lorsque l'impacteur entre en contact avec des éléments de guidage. Généralement, avec des dispositifs classiques, cette vitesse se situe environ entre 4 m/s et 8 m/s pour des hauteurs de chute de 1 m et 3 m. Cependant, pour les dispositifs accélérés, cette vitesse peut dépasser les 20 m/s, en utilisant des dispositifs d'accumulation d'énergie tels que des ressorts. Les essais sur tours de chutes peuvent présenter des inconvénients à prendre en considération. En effet, la capacité de chargement est influencée par des facteurs tels la masse du poids tombant et la vitesse d'impact ce qui limite les vitesses de déformation atteignables [118], et la masse tombante présente également une tendance à rebondir lors de l'impact, créant ainsi une série d'ondes indésirables. [115].

En l'absence de frottement, l'énergie d'impact, équivalente à l'énergie cinétique de l'impacteur, représente également la variation de l'énergie potentielle de pesanteur. On obtient alors l'expression :

$$E_{impact} = \frac{1}{2}mv_{impact}^2 = mgh$$

Avec  $m$  la masse tombante,  $v_{impact}$  la vitesse atteinte par l'impacteur lors de l'impact,  $g$  l'accélération de la pesanteur et  $h$  la hauteur de chute. En chute libre et sans vitesse initiale, la vitesse d'impact s'écrit donc sous la forme suivante :

$$v_{impact} = \sqrt{2gh}$$

On recourt ensuite à la formule suivante pour estimer de manière simplifiée la vitesse de déformation obtenue lors d'un test de traction à grande vitesse,  $L_0$  représentant la longueur utile de l'éprouvette :

$$\dot{\epsilon} = \frac{v_{impact}}{L_0}$$

Les oscillations observées sur les signaux mesurés lors des essais dynamiques, que ce soit à l'aide de machines hydrauliques, de barres d'Hopkinson ou de tours de chute, sont des défis majeurs inhérents à ces méthodes expérimentales. Évaluer la pertinence d'un essai dynamique implique souvent d'analyser l'amplitude de ces fluctuations (voir Figure 189a). Cependant, la source de ces oscillations reste complexe à déterminer. Elles peuvent résulter de la propagation d'ondes de choc dues aux transferts brutaux de charge entre différents composants, tels que le piston et le vérin pour les machines hydrauliques, ou entre les éléments impactés pour les barres d'Hopkinson et les tours de chute [121]. Ce type de choc tend à exciter les modes propres du dispositif de mesure de la charge. Plusieurs approches sont envisageables pour traiter ces oscillations. D'une part, l'utilisation d'une FFT (Transformée de Fourier Rapide) en post-traitement permet de filtrer les

fréquences autour des résonances connues de la cellule de charge (voir Figure 189b). De même, une analyse modale du montage peut aider à identifier les fréquences propres afin d'effectuer des filtrages ciblés autour de ces valeurs. Cependant, le filtrage peut être sujet à débat en raison du caractère potentiellement subjectif du choix du filtre et de ses conséquences sur le signal d'origine. Considérant également que les oscillations du signal font partie intégrante des mesures physiques effectuées pendant l'essai, la pertinence du filtrage peut être remise en question, puisqu'il altère potentiellement les caractéristiques du signal initial.

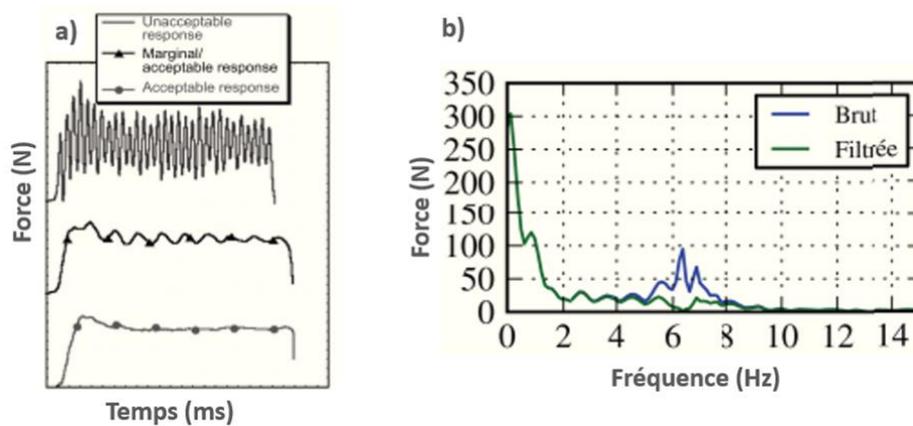


Figure 189 : visualisation des effets de différentes résonances sur la mesure de la charge (a) [113], Utilisation d'une FFT pour filtrer un signal de force lors d'un essai dynamique (b) [114]

Les déplacements hors-plan de l'échantillon sous charge peuvent aussi contribuer à exciter la cellule de charge en générant des oscillations non désirées. Une technique similaire au système piston/cylindre (voir Figure 190) offrant une mise en place simple et est couramment utilisée sur les machines hydrauliques [116], [117]. On peut la comparer à des dispositifs utilisant une masse tombante pour impacter une barre de transmission où l'échantillon à caractériser est attaché, l'onde de traction se propage alors dans la barre pour solliciter l'échantillon.

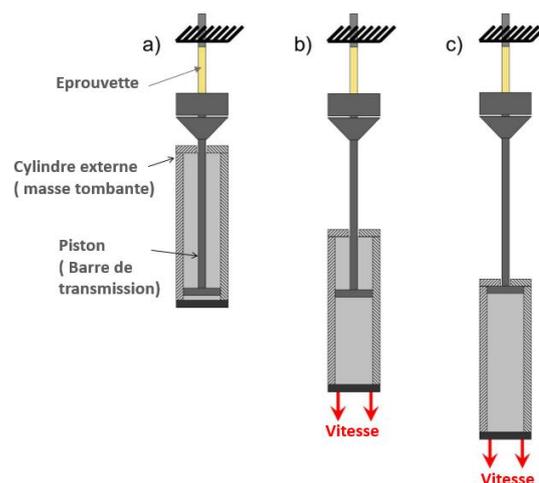


Figure 190 : dispositif en position initiale, éprouvette non chargée (a), Accélération du cylindre, éprouvette non chargée (b) et Contact du cylindre avec le piston, l'éprouvette est chargée (c) [115].

Cependant, ces techniques peuvent introduire un chargement de flexion parasite sur les échantillons si l'alignement entre le vérin et le piston n'est pas parfaitement maîtrisé. L'étude menée par Longana et al. [115] a mis en lumière deux types de forces induites par l'interaction du piston

et du cylindre externe : la force de traction, principal objectif de ce mécanisme, et un potentiel moment parasite, souvent issu d'un désalignement entre ces deux éléments (Figure 191). Afin d'identifier comment et lequel de ces chargements affectent la réponse dynamique du système une analyse harmonique a été menée, leurs conclusions ont révélé que plusieurs modes naturels du système sont engendrés par un moment initié à la base du piston lors de son engagement avec le cylindre externe. Pour pallier cette complication, l'intégration d'un amortisseur en caoutchouc entre le piston et le cylindre externe a été décidée. Bien que cet ajout ait réduit les vibrations, il n'a résolu qu'en partie le problème de génération de ce moment lors de l'interaction des éléments.

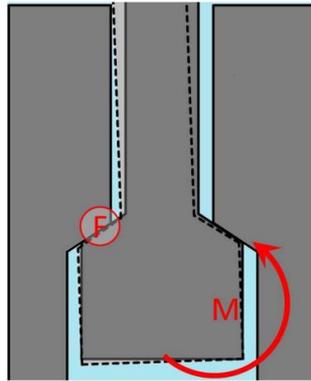


Figure 191 : point de contact entre le piston et le cylindre externe avec la génération du moment parasite [115]

Beevers et al [119] ont élaboré un dispositif particulier, illustré dans la Figure 192, spécifiquement destiné à appliquer des forces de traction sur des échantillons à l'aide d'une tour de chute adaptée à cette méthode de sollicitation. Une configuration similaire a été mise au point par Sawa [120] pour tester des échantillons cylindriques. Ce système se distingue des montages traditionnels sur les tours de chute par le positionnement du mécanisme de fixation de l'éprouvette au-dessus de l'impacteur. La masse en chute est équipée d'un alésage central pour permettre son déplacement le long d'une barre avec une liaison de type pivot glissant. Cette barre, fixée au mors mobile sur son extrémité supérieure, se termine par une butée à son extrémité inférieure. Pendant l'essai, la masse descend le long de la barre pour finalement impacter la butée. Ce choc engendre une onde de traction qui se propage jusqu'à l'éprouvette, entraînant ainsi la rupture de l'échantillon.

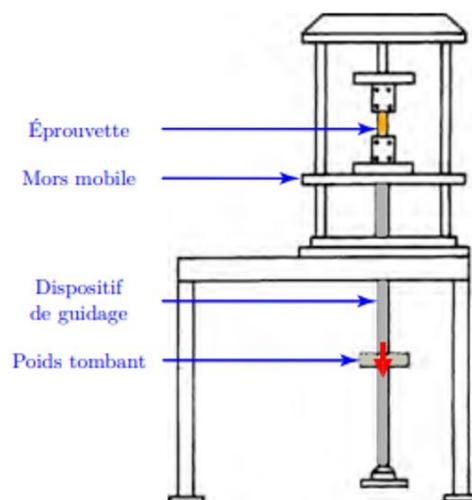


Figure 192 : exemple de tour de chute pour sollicitation en traction [119]

L'objectif de l'étude menée par Dillon et al. [122] est de développer une méthode d'essai pour évaluer l'impact de la vitesse de déformation sur le comportement en traction des polymères renforcés de fibres de lin. Cette étude utilise une tour de chute dont le design est similaire au dispositif DTD, utilisé pour nos caractérisations dynamiques des composites, moyen d'essai présenté dans le paragraphe VI.3.1.. Comme illustré sur la Figure 193, l'extrémité supérieure de l'échantillon est solidement attachée à une cellule de charge via un mors supérieur, dispositif de serrage lui-même connecté à une structure rigide. L'extrémité inférieure de l'échantillon est fixée à une barre en acier via un autre dispositif de serrage, tandis que le poids chutant glisse le long de cette barre pour impacter l'échantillon et induire ainsi la sollicitation en traction. Afin de générer diverses vitesses de déplacement, il est possible d'ajuster le poids ainsi que la hauteur de chute. La méthode a été élaborée en testant préalablement des échantillons en aluminium, dont les propriétés mécaniques statiques et dynamiques sont bien documentées, permettant ainsi de valider la fiabilité et la pertinence des mesures obtenues.

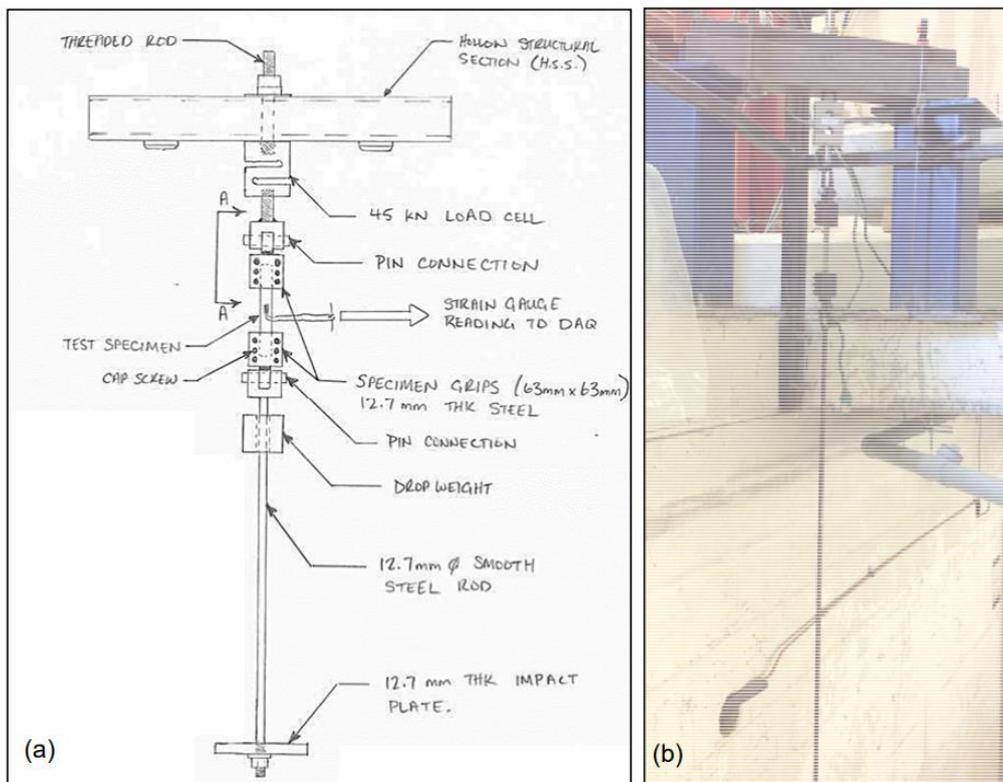


Figure 193 : tour de chute pour sollicitation en traction, croquis du dispositif (a), et photo de la partie supérieure (b) [122]

Les essais sur les échantillons d'aluminium, amorcés par une masse tombante de 2,35 kilogrammes depuis une hauteur de 1,22 m, ont généré des signaux échantillonnés à 50 kHz pour le capteur de force et les jauges de déformation. L'analyse des données a révélé un décalage temporel entre les signaux de charge et de déformation, variant entre 2 ms et 3 ms. Cette différence temporelle classique découle de l'onde de traction traversant le système, atteignant en premier lieu les jauges de déformation avant la cellule de charge. Ainsi, comme présenté dans la Figure 194, un ajustement des données de déformation a été effectué pour coïncider avec les données de charge, corrigeant ainsi ce décalage temporel. Ce réajustement revêt une importance capitale pour synchroniser les

signaux et potentiellement obtenir des informations précises sur la rigidité de l'éprouvette et, par extension, sur le module d'Young de l'échantillon testé.

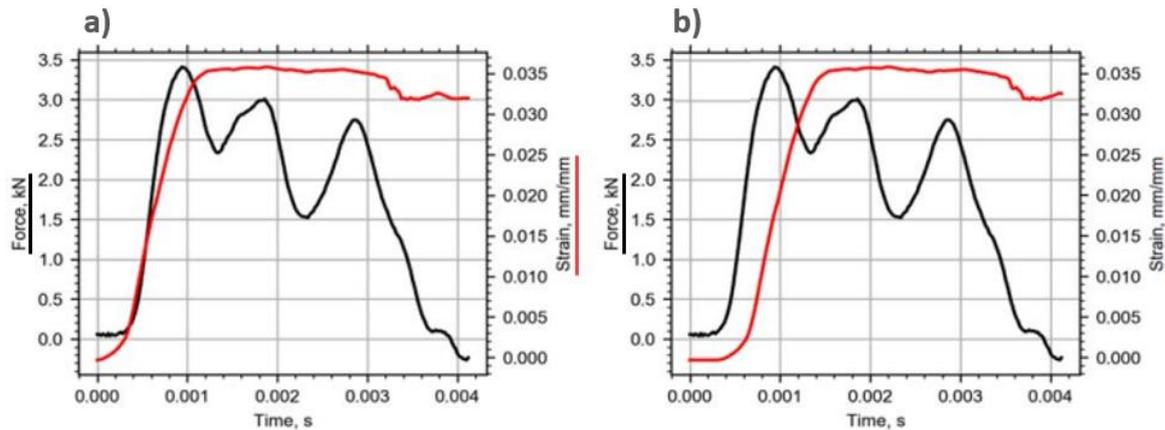


Figure 194 : données de charge et de déformation pour l'échantillon HR-Al-1 (a) telles que mesurées et (b) avec le décalage temporel ajusté [122]

Le module d'élasticité et la vitesse de déformation des essais ont été déterminés en trouvant les pentes des premières parties linéaires des graphiques présentés dans la Figure 195.

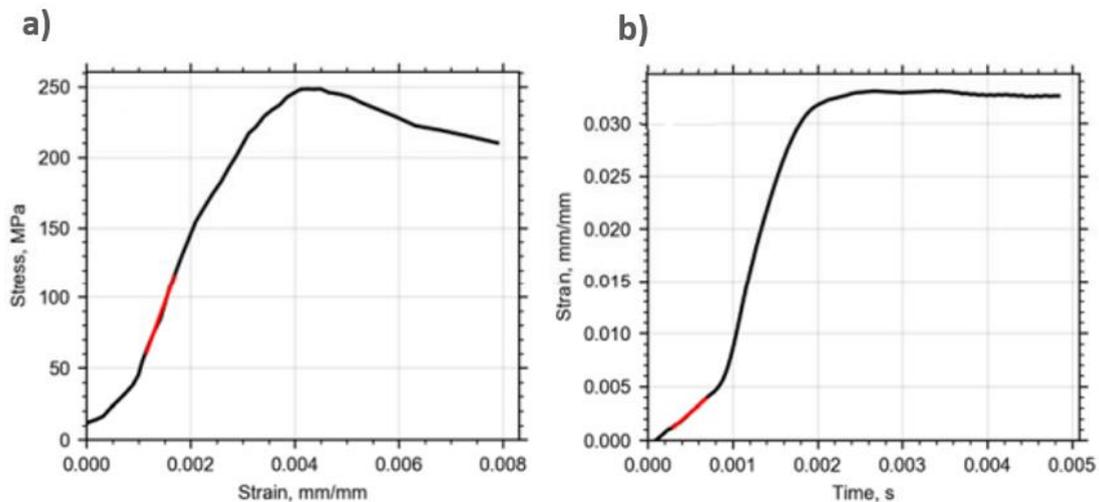


Figure 195 : détermination après recalage temporel (a) du module d'Young (b) de la vitesse de déformation [122]

Les résultats des échantillons d'aluminium, présentés dans le tableau présenté en Figure 196, révèlent une cohérence entre les échantillons 2, 3 et 4, tandis que les mesures du module d'Young pour les échantillons 1 et 5 dévient des autres résultats et ne correspondent pas aux modules typiques de cet alliage. Toutefois, malgré ces disparités, la résistance à la traction mesurée pour l'ensemble des échantillons se situe dans la plage attendue pour l'aluminium. Cependant, les incohérences observées dans les mesures sont attribuées par Dillon et al [122] à des liaisons insuffisamment rigides entre les pinces de l'échantillon, la tige d'impact et la cellule de charge. Cette défaillance potentielle pourrait induire une perte d'énergie de l'onde de contrainte se propageant à travers le système. Ces constats soulignent la complexité des essais sur tour de chute pour caractériser des échantillons en dynamique rapide, mettant en évidence la nécessité de concevoir et

valider soigneusement le dispositif sur des matériaux connus afin d'évaluer la fiabilité des signaux mesurés.

Eprouvette	Module Young (Gpa)	Contrainte Max. (Mpa)	Strain rate (s <sup>-1</sup> )
HR-AI-1	42.4	281.1	56.2
HR-AI-2	102.2	248.5	6.8
HR-AI-3	100.4	245.5	7.1
HR-AI-4	96.9	267.5	5.8
HR-AI-5	206.6	245.4	3.9
Moyenne	109.7	257.6	16.0
St. Dev.	59.6	16.0	22.5

Figure 196 : résultats associés aux essais dynamiques sur tour de chute pour des éprouvettes d'aluminium [122]

## VI.2. Méthode d'identification inverse

Comme évoqué précédemment, les caractérisations dynamiques sur les tours de chutes rendent souvent difficile la compréhension approfondie des essais et l'extraction des lois de comportement des matériaux testés. Pour pallier cette difficulté, l'utilisation de simulations numériques explicites avec la méthode d'identification inverse est nécessaire. Cette méthode implique de reproduire de manière numérique les moyens d'essais afin de recréer virtuellement les phénomènes observés lors des expérimentations. On évoque ici la création de jumeaux numériques, une représentation numérique fidèle aux phénomènes physiques réels. Il est essentiel de calibrer et de valider cette approche numérique en utilisant des matériaux connus, à la fois en termes de types de lois de comportement et de grandeurs caractéristiques associées. Ainsi, la validation de cette approche numérique par le biais de matériaux bien connus et souvent caractérisés, tels que l'aluminium présentant un comportement élastoplastique avéré, une connaissance déjà établie des modules d'Young, des contraintes à la rupture, des déformations maximales et de la sensibilité à la vitesse de déformation, s'avère cruciale afin de valider la modélisation du dispositif d'essais et des résultats numériques.

Le défi initial lors de la modélisation numérique réside dans la complexité propre à certains matériaux. Cette complexité se manifeste par la difficulté de choisir les lois de comportement adéquates. De plus, le nombre conséquent de paramètres à déterminer peut conduire à de multiples itérations de calculs, compliquant ainsi la convergence vers le jeu de paramètres approprié. Généralement, l'identification de ces paramètres repose sur l'association de codes éléments finis et d'algorithmes spécifiques d'identification. Par exemple, Jeanson [126] a identifié les paramètres d'une loi de Johnson Cook pour un alliage d'aluminium 1050 à partir d'essais d'expansion de tubes par magnétoformage, utilisant la méthode d'optimisation disponible dans le logiciel LS-Dyna via le module LS-OPT. De manière similaire, Zribi [127] a identifié les paramètres d'une loi de comportement de Voce en utilisant une méthode de minimisation Simplex de Nelder-Mead [128] couplée à un modèle éléments finis Abaqus, basée sur des essais d'hydroformage de tubes en alliage d'aluminium 6063. D'autres travaux, tels que ceux de Spranghers [129], Nussbaum [130], Markiewicz [131], et Hor [132], ont également recouru à des méthodes inverses associées à divers algorithmes d'optimisation pour cerner avec précision les comportements de matériaux variés soumis à des essais spécifiques.

Plus récemment, Antoinat et al [134] ont entrepris la caractérisation d'un alliage d'aluminium 7075T6 soumis à des sollicitations dynamiques en utilisant un dispositif de barre d'Hopkinson, et ont développé le modèle éléments finis correspondant sous Abaqus explicite. Pour les essais effectués à une vitesse de déformation de  $40 \text{ s}^{-1}$ , deux méthodes distinctes ont été proposées pour identifier les paramètres de la loi de Johnson-Cook, formulée comme suit :

$$\sigma = [A + B\varepsilon_p^n] \left[ 1 + C \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) \right]$$

Avec  $A$  représentant la limite d'élasticité du matériau,  $B$  et  $n$  correspondant aux paramètres d'écrouissage et  $C$  décrivant la sensibilité par rapport à la vitesse de déformation de référence  $\dot{\varepsilon}_0$ . La première méthode implique une identification analytique directe à partir de la contrainte et de la déformation équivalente, tandis que la seconde est une méthode d'identification inverse reposant sur un couplage entre une simulation éléments finis et un algorithme de minimisation de type BFGS (Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno) [133]. Les résultats issus de l'identification analytique diffèrent de ceux obtenus par le couplage éléments finis, en particulier pour les paramètres d'écrouissage  $B$  et  $n$ . Par contre, le paramètre  $C$ , associé à la vitesse de déformation, demeure quasi identique dans les deux analyses. Ensuite, les résultats provenant de l'approche analytique ont été intégrés dans le logiciel de calcul explicite, puis confrontés au signal temporel enregistré par le capteur de force lors de l'expérience et aux résultats provenant du couplage éléments finis (Figure 197). Il apparaît clairement que les paramètres identifiés par la méthode d'identification inverse offrent des résultats bien plus concordants avec les observations des essais expérimentaux ce qui justifie notre choix de son utilisation.

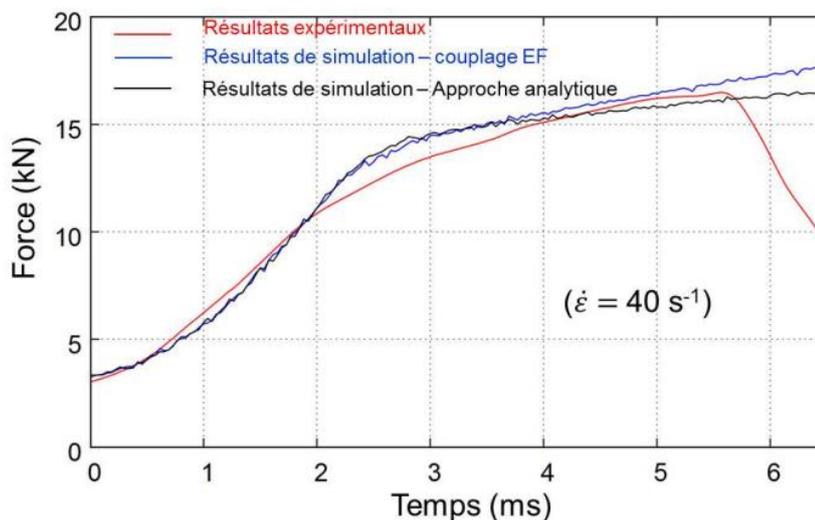


Figure 197 : Comparaison entre les résultats avec un couplage EF et avec une approche analytique pour une caractérisation dynamique d'un alliage 7075T6 [134]

### VI.3. Présentations et modélisations des tours de chutes

Ce paragraphe a pour objectif de présenter les dispositifs développés et employés pour la caractérisation en dynamique rapide. Deux équipements, localisés au laboratoire de l'Institut Clément Ader (ICA) de Toulouse, ont été mobilisés pour la caractérisation de l'ensemble des

matériaux. Le choix entre ces deux moyens a été déterminé en fonction des dimensions des éprouvettes, mais également en considération du niveau d'effort atteint au cours des essais. Ces deux moyens de caractérisations dynamiques appartiennent à la famille des tours de chute et sont respectivement dénommés « dispositif de traction dynamique » et « montage double cadre ».

### VI.3.1. Dispositif de Traction Dynamique (DTD)

#### VI.3.1.1. Présentation du dispositif expérimental DTD

Le « Dispositif de Traction Dynamique » (DTD), illustré dans la Figure 198 et désormais désigné par son abréviation DTD, représente une innovation en cours de développement au laboratoire ICA de Toulouse. Conçu dans le cadre de nos travaux de thèse, il bénéficie également de la collaboration avec Rallo et al. [158], qui emploient également ce dispositif pour la caractérisation dynamique de matériaux composites et métalliques.

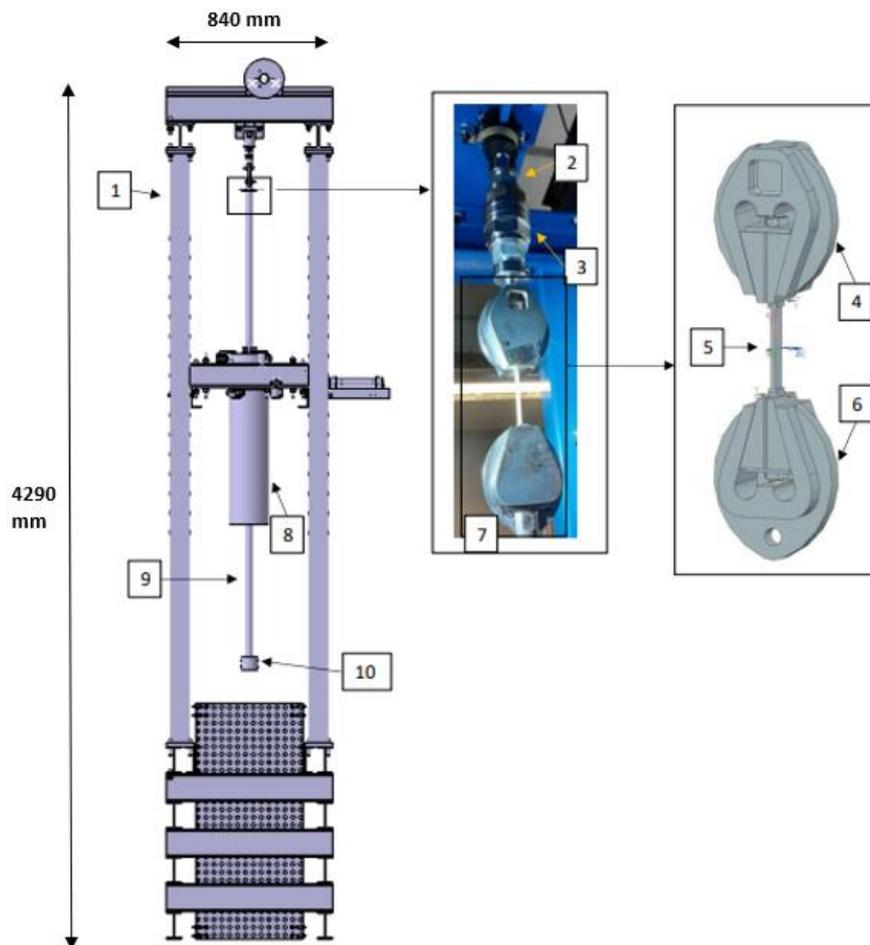


Figure 198 Représentation du « Dispositif de Traction Dynamique » (DTD) [158]

Un impacteur {8}, d'une masse de 200 kg, est relâché d'une hauteur de 0,8 m pour générer des vitesses de déformation théoriques d'environ 80 s<sup>-1</sup>. L'impacteur glisse le long de la barre {9} jusqu'à heurter la butée {10}, créant ainsi une onde de traction qui remonte dans la barre {9}. La partie supérieure de la barre est fixée à l'aide d'une goupille {7} à un système de mors auto-serrant composé de plusieurs pièces {6}, dans lequel l'éprouvette à caractériser {5} est serrée. L'onde de traction est transmise à l'éprouvette, puis à un système de mors auto-serrant {4}, identique à celui

fixé sur le haut de la barre. Ce mors supérieur est relié à un capteur de force Kistler 120 kN {3}. Le capteur est lié au bâti {1} par l'intermédiaire d'une rotule {2}, évitant ainsi l'introduction de composantes non axiales au capteur, qui pourrait l'endommager. Les déformations sont obtenues à partir d'un suivi optique par une caméra rapide, analysée par le logiciel DICe (Digital Image Correlation Engine). La caméra fonctionne généralement à une fréquence d'acquisition calibrée à 50 000 images par seconde, de même que la fréquence d'acquisition de l'effort, pour une exploitation plus aisée des signaux expérimentaux, soit à 50 kHz.

Ce dispositif sera employé pour caractériser les composites présentant les rigidités les plus élevées et les forces à la rupture les plus importantes, exploitant ainsi les capacités du capteur 120 kN dans sa gamme préférentielle de mesures, à savoir les composites fabriqués avec 8 plis orientés à 0°. Étant donné l'absence de norme pour les essais de caractérisation de matériaux en dynamique rapide sur de tels dispositifs, les formes et dimensions des éprouvettes ont été spécifiquement développées pour ce dispositif et les différentes campagnes expérimentales. Les détails sur les dimensions des éprouvettes sont exposés dans la Figure 199. Les éprouvettes d'une largeur de 8 mm et 10 mm dans la zone centrale ont été utilisées pour caractériser les composites à base de fibres de lin et de basalte, tandis que les éprouvettes d'une largeur plus importante de 12 mm ont été employées pour caractériser les composites à base de rubans de bambou. En raison de la largeur de 5 mm des rubans de bambou, une largeur plus importante a été choisie pour garantir une cohérence et une reproductibilité des mesures. Les éprouvettes adoptent une forme spécifique pour induire les ruptures dans la zone centrale. Des talons en verre sont également intégrés pour éviter les ruptures dans les mors et assurer un serrage optimal dans les systèmes de mors auto-serrant. Ces talons, constitués de 8 plis de verre avec un drapage de type  $[(45/-45)_2]_s$  et une épaisseur totale d'environ 2 mm, sont fixés à l'aide d'une colle époxy de type ARALDITE 2012.

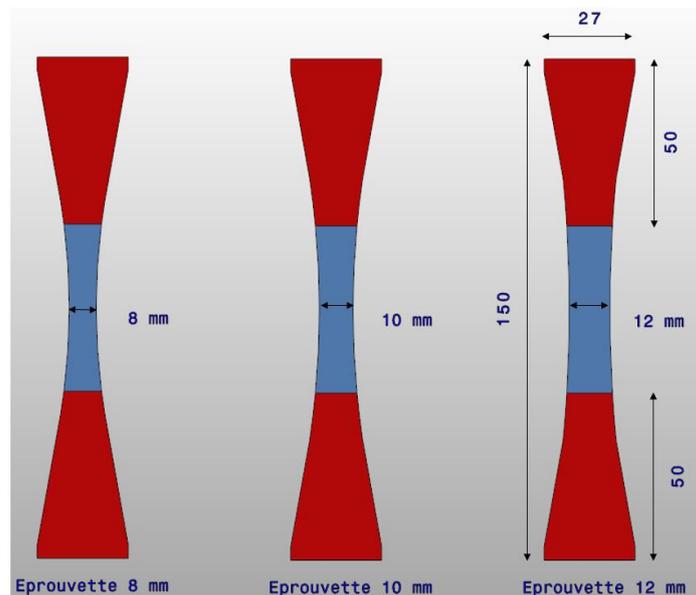


Figure 199 Eprouvettes utilisées avec le « Dispositif de Traction Dynamique » (DTD)

### VI.3.1.2. Modélisation et validation du DTD

Afin d'interpréter de manière plus pertinente les résultats des campagnes expérimentales sur le DTD, et surtout pour identifier les paramètres matériau par la méthode d'identification inverse des

essais dynamiques rapides, une modélisation du dispositif a été réalisée sous Abaqus Explicit 2018 comme illustrée sur la Figure 200 . Le moyen d'essai a été modélisé en utilisant des éléments de type coque (S4R et S3R) pour le bâti, avec une taille de maille d'environ 10 mm. Les fixations ont été modélisées avec des éléments connecteurs de type CON3D2, et leurs propriétés ont été calculées en fonction des dimensions réelles de ces fixations et de leur matériau. La masse, la barre, ainsi que les assemblages représentant les mors supérieurs, inférieurs, la goupille, la rotule et l'éprouvette ont été maillés avec des éléments de type 3D à intégrations réduites (C3D8R et C3D6 sauf pour l'éprouvette composite en SC8R), avec une taille de maille plus fine pour obtenir un meilleur comportement et des résultats plus précis. La taille des éléments autour de l'éprouvette est de l'ordre de 1 mm. Le capteur de force est également modélisé par un élément 1D de type CON3D2, dont la rigidité est basée sur la fiche technique fournie par le fabricant. L'algorithme "General contact" est utilisé pour les simulations.

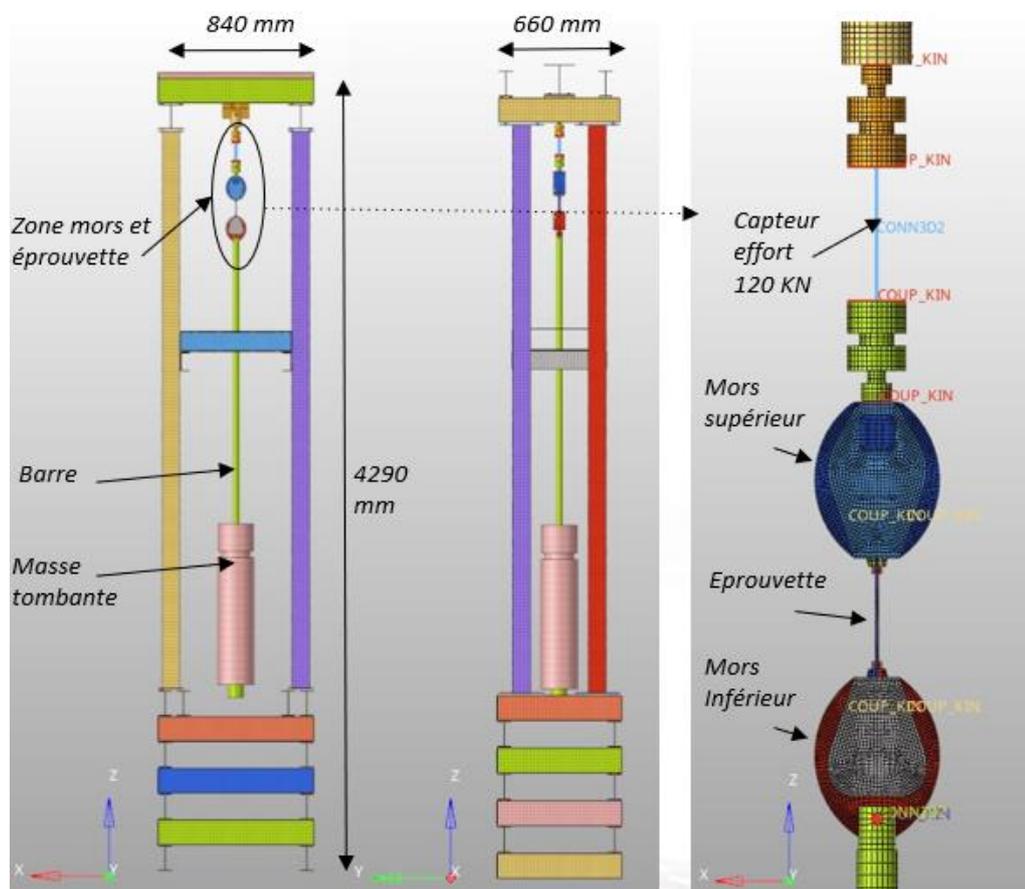


Figure 200 Modèle Abaqus Explicit du DTD

Afin de valider le modèle, une campagne expérimentale a été initiée sur un matériau connu du point de vue des propriétés mécaniques, à savoir l'aluminium 2024T4, matériaux dont les courbes de comportement statiques et dynamiques sont illustrées sur la Figure 201. Ce choix de matériau a été fait pour vérifier la cohérence du modèle. Une éprouvette de 10 mm de largeur centrale et d'une épaisseur de 3 mm, avec des talons de fibres de verre d'une épaisseur de 2 mm, a été utilisée, et la vitesse de déformation moyenne mesurée lors de l'essai était de 122 s<sup>-1</sup>.

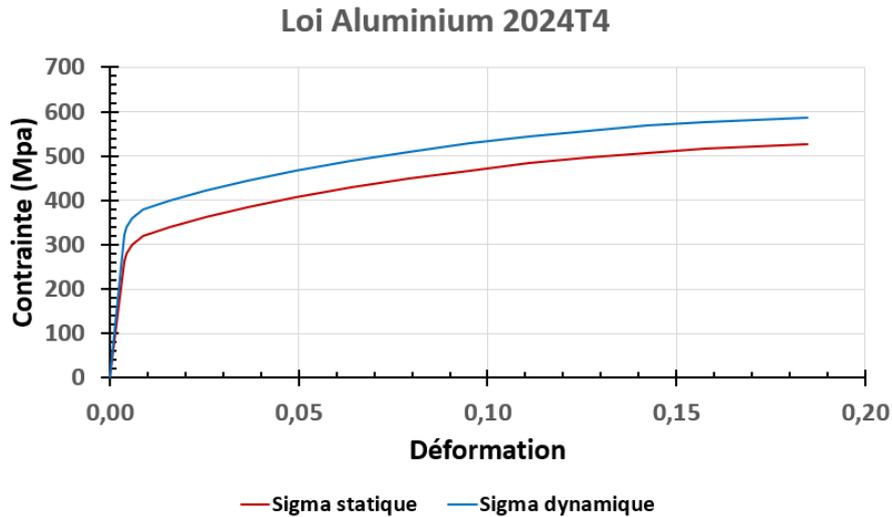


Figure 201 Lois statiques et dynamiques de l'aluminium AL2024T4

La première itération numérique a été lancée en utilisant une loi statique de l'aluminium 2024T4, avec notamment un module d'Young de 70 093 MPa et une limite d'élasticité de 261 MPa. Ce jeu de données a permis d'obtenir les courbes rouges dans la Figure 202a et la Figure 202b, à comparer avec les données expérimentales représentées par les courbes noires. Dans le processus d'itération inverse, l'objectif est de lancer une série de simulations en ajustant les paramètres matériels principaux tels que le module d'Young, la limite élastique et la courbe de plasticité.

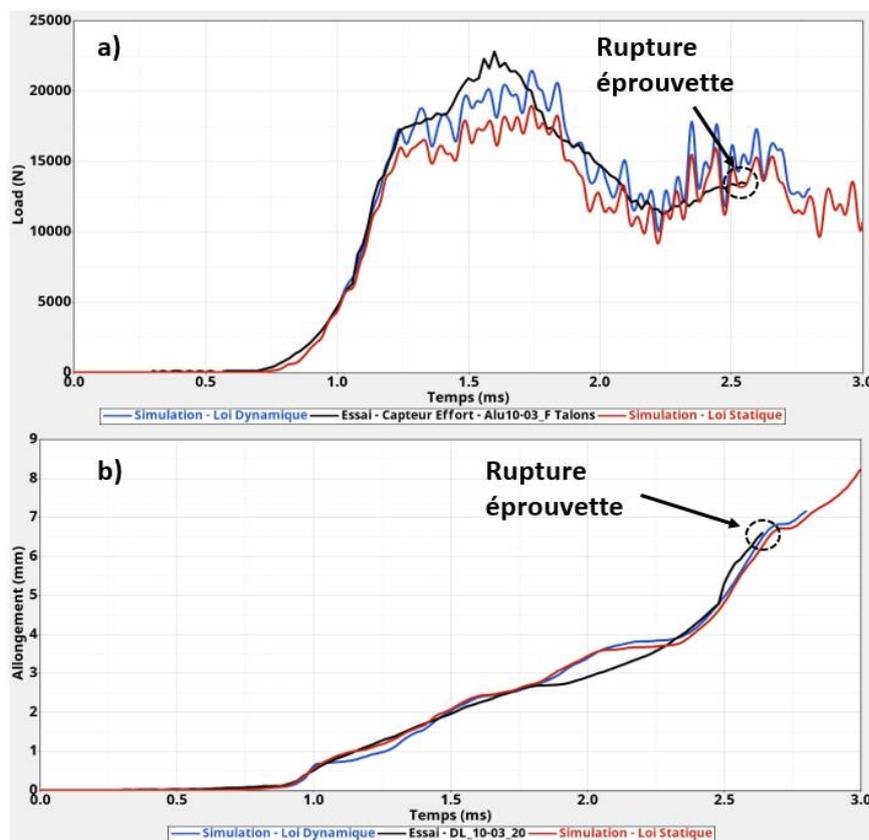


Figure 202 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides à  $122s^{-1}$  sur aluminium 2024T4 sur le DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20mm$ )

La première itération a déjà produit des résultats cohérents avec les courbes expérimentales, en particulier dans la partie élastique. Il est à noter que le module d'élasticité statique permet une prédiction correcte des essais dynamiques sur le DTD. Une série de simulations a ensuite été lancée pour mieux appréhender le reste de la courbe, correspondant à la partie plastique du matériau. En augmentant la limite élastique à 321 MPa et en appliquant un facteur multiplicateur de 1.2 aux contraintes sur la partie plastique, nous avons recalé de manière convaincante les courbes expérimentales du capteur d'effort et des extensomètres. Les courbes bleues dans la Figure 202 représentent ce nouveau jeu de données, prenant en compte l'effet de la vitesse de déformation sur l'aluminium 2014T4. Les valeurs obtenues sont tout à fait logiques pour cet aluminium 2024T4, validant ainsi l'approche numérique et le modèle Abaqus Explicit construit pour la caractérisation en dynamique rapide.

### **VI.3.1.3. Études de sensibilité des paramètres du DTD sur la vitesse de déformation**

Pour mener des caractérisations expérimentales sur le dispositif DTD, il est important de connaître les réglages des différents paramètres de cette machine pour générer des vitesses de déformation en adéquation avec les objectifs des travaux actuels et futurs. Afin de bien appréhender les réglages nécessaires pour atteindre les vitesses de déformation ciblées, une étude de sensibilité a été lancée avec des simulations Abaqus Explicit sur divers paramètres du dispositif DTD dans le but de quantifier leur influence sur la vitesse de déformation. La vitesse de déformation moyenne est mesurée au centre d'une éprouvette en aluminium 2024T4 de largeur 10 mm et d'épaisseur 3 mm en dérivant les courbes de déformation par rapport au temps, courbes obtenues à partir de l'extensomètre virtuel de longueur initiale de 20 mm. L'étude des courbes se concentre sur la période de temps comprise entre 0,8 ms et 1,9 ms, car, comme le montre la Figure 202b, les données expérimentales et numériques des extensomètres sont particulièrement proches dans cette plage de vitesse de déformation. La vitesse de déformation moyenne est de  $122 \text{ s}^{-1}$  sur les courbes expérimentales et de  $132 \text{ s}^{-1}$  sur les courbes de simulation numérique.

Les différents paramètres étudiés dans ce paragraphe sont :

- La vitesse d'impact
- La masse de l'impacteur
- La rigidité de la barre
- La densité de la barre

Lors des différentes simulations, seul un de ces paramètres a été modifié à la fois sur une plage de valeurs spécifiques afin de pouvoir mesurer son influence sur la vitesse de déformation.

#### **VI.3.1.3.1. Influence de la vitesse d'impact**

Pour rappel, sur les dispositifs de tour de chute, la vitesse d'impact est directement liée à la hauteur de chute du poids tombant, ici de 200 kg. L'étude de sensibilité consiste ici à faire varier la vitesse d'impact de la masse tombante juste avant le contact avec la barre de transmission, puis à analyser les courbes temporelles des extensomètres afin d'évaluer la vitesse de déformation moyenne. Cela permet de construire une courbe qui évalue la hauteur de chute nécessaire pour obtenir la vitesse de déformation désirée lors de l'essai. La Figure 203 présente les déformations issues de simulations

numériques pour des vitesses d'impact comprises entre 1 m/s et 3,6 m/s. Des courbes de tendance sont proposées sur le graphique afin d'évaluer les vitesses de déformation correspondantes, estimées respectivement à  $7 \text{ s}^{-1}$ ,  $52 \text{ s}^{-1}$ ,  $101 \text{ s}^{-1}$  et  $132 \text{ s}^{-1}$  pour les vitesses d'impacts de 1 m/s, 2 m/s, 3 m/s et 3,6 m/s.

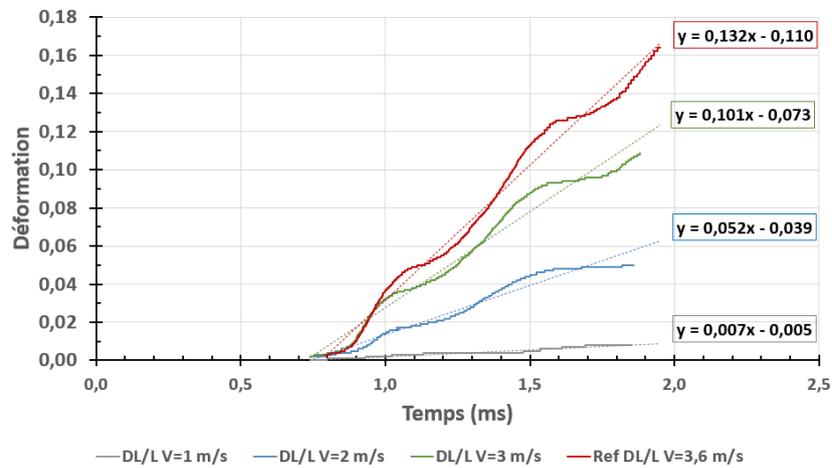


Figure 203 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour des vitesses d'impacts comprises entre 1 m/s et 3,6 m/s

La courbe illustrée à la Figure 204 décrit l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la vitesse d'impact. Cette courbe présente une linéarité sur la gamme de vitesses de déformation allant de  $7 \text{ s}^{-1}$  à  $132 \text{ s}^{-1}$ , ce qui permet d'évaluer simplement la hauteur de chute de la masse tombante nécessaire pour atteindre les vitesses de déformation souhaitées.

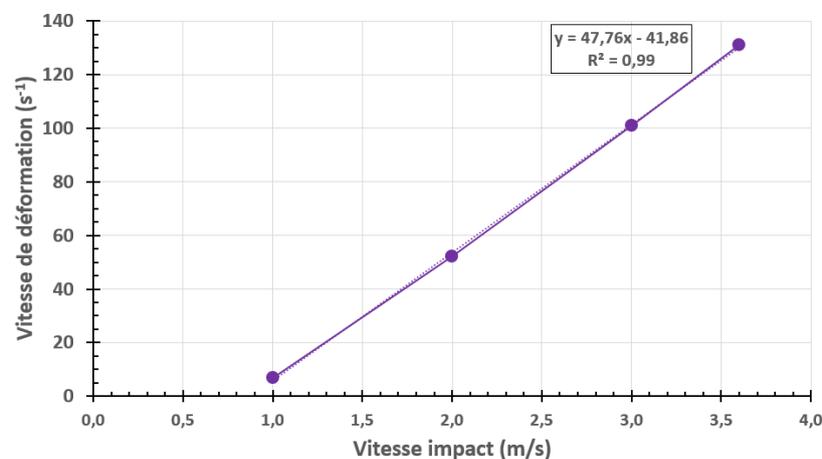


Figure 204 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la vitesse d'impact

### VI.3.1.3.2. Influence de la masse de l'impacteur

L'étude de l'influence de la masse de l'impacteur sur les vitesses de déformation observées sur l'éprouvette a été réalisée en faisant varier la densité du matériau de l'impacteur lors des simulations numériques, tout en conservant le même volume et la même forme que l'impacteur en acier de 200 kg actuellement utilisé. Les valeurs de densité ont été ajustées pour obtenir des masses de 100 kg,

150 kg, 250 kg et 300 kg. Les vitesses de déformation obtenues à partir des courbes de la Figure 205 varient de  $109,5 \text{ s}^{-1}$  pour la plus petite masse à  $135,7 \text{ s}^{-1}$  pour la masse de 300 kg.

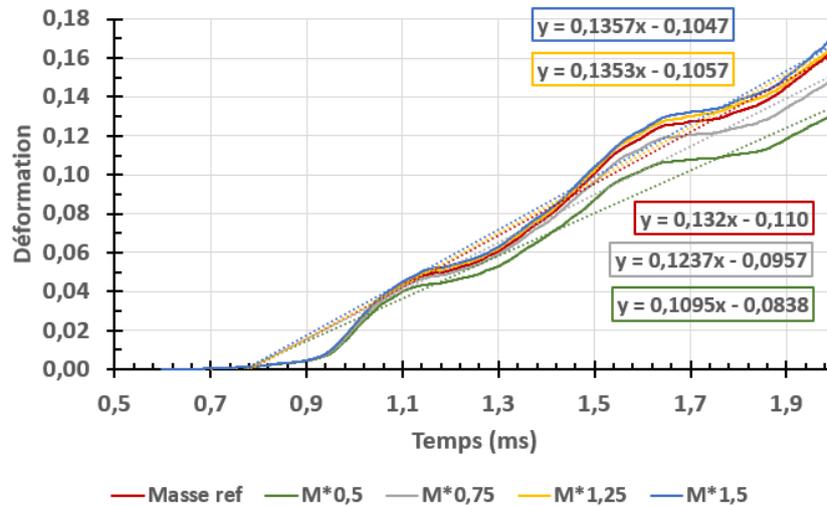


Figure 205 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour différentes masse d'impacteur

La courbe illustrée à la Figure 206 présente l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la masse de l'impacteur. On observe une augmentation plus marquée de la vitesse de déformation lorsque la masse varie de 100 kg à 200 kg, suivie d'une augmentation moins prononcée entre 200 kg et 300 kg. La vitesse de déformation semble atteindre un plateau autour de  $135 \text{ s}^{-1}$ .

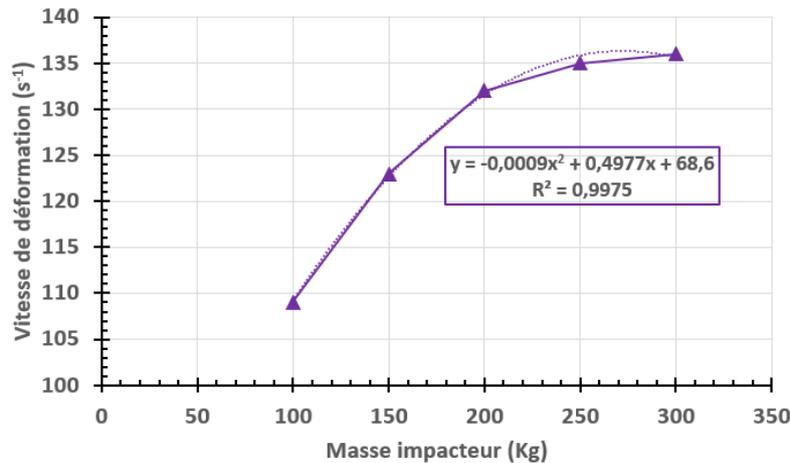


Figure 206 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la masse de l'impacteur

### VI.3.1.3.3. Influence de la rigidité de la barre

L'influence de la rigidité de la barre sur la vitesse de déformation atteinte lors d'un essai sur le DTD a également été étudiée. La barre en acier actuellement installée sur le dispositif a une section circulaire avec un diamètre de 35 mm et une longueur de 2395 mm. Pour varier la rigidité de la barre, le module d'élasticité associé à cette barre a été modifié dans les simulations numériques, couvrant une plage de rigidité allant de 0,5 à 1,5 fois la valeur actuelle. Comme illustré dans la Figure 207, les vitesses de déformation atteintes varient entre  $120 \text{ s}^{-1}$  et  $135 \text{ s}^{-1}$ . On observe qu'à

mesure que la rigidité augmente, l'onde se propage plus rapidement dans la barre et atteint le capteur d'effort plus tôt, ce qui est logique puisque la célérité dans un milieu solide est proportionnelle au module d'élasticité.

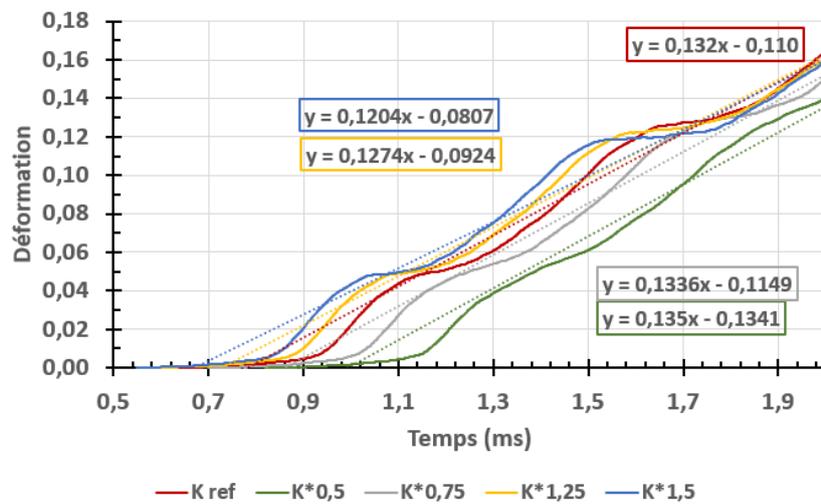


Figure 207 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour différentes rigidités de la barre

La courbe illustrée à la Figure 208 montre l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la rigidité de la barre. On observe que les vitesses de déformation varient légèrement, entre  $120 \text{ s}^{-1}$  et  $135 \text{ s}^{-1}$ , malgré une variation significative de la rigidité de la barre. Ainsi, ce paramètre ne semble pas être le plus influent sur la vitesse de déformation observée au centre de l'éprouvette.

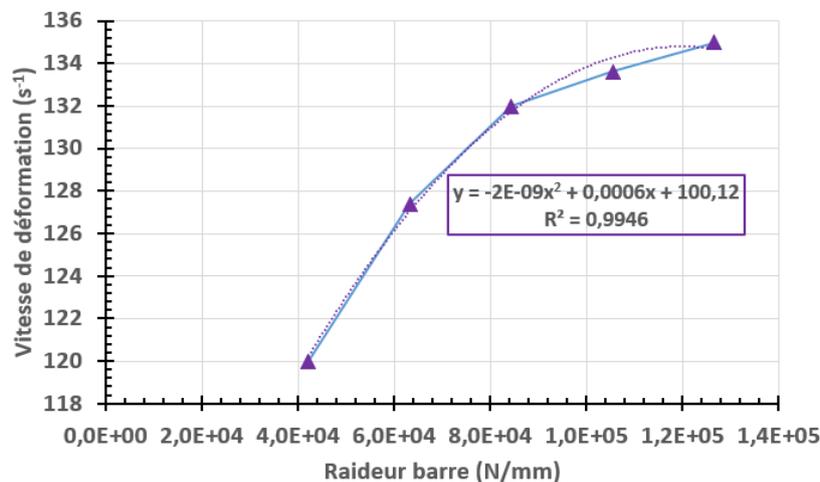


Figure 208 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la rigidité de la barre

#### VI.3.1.3.4. Influence de la densité de la barre

Le dernier paramètre étudié pour évaluer son influence sur la vitesse de déformation est la densité de la barre. La plage d'étude de ce paramètre s'étend de 0,25 à 1,5 fois la densité actuelle. Comme illustré par les courbes temporelles des déformations sur la Figure 209, les vitesses de déformation

varient entre  $99 \text{ s}^{-1}$  et  $132 \text{ s}^{-1}$  en fonction de la densité. La célérité de l'onde étant inversement proportionnelle à la densité, on observe que lorsque la densité diminue, la célérité augmente, ce qui fait que l'onde se propage plus rapidement jusqu'à la cellule de mesure de l'effort.

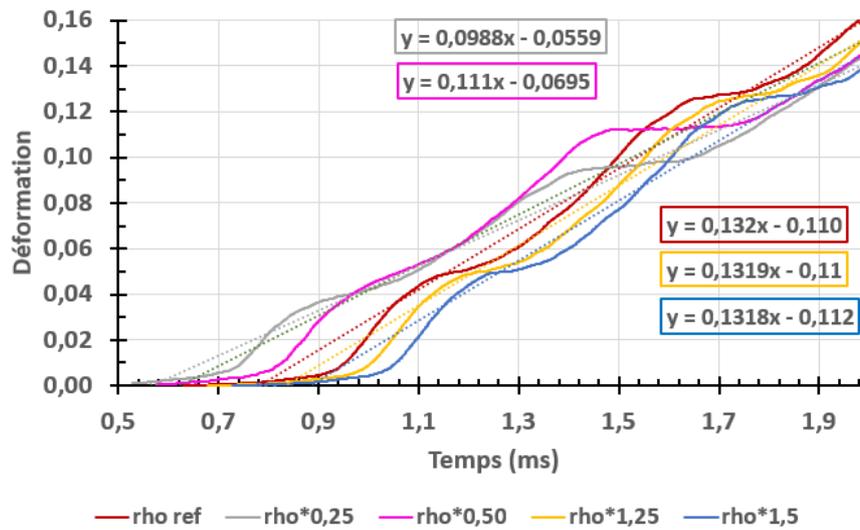


Figure 209 Évolutions des déformations d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD pour différentes densités de la barre

La courbe représentée sur la Figure 210 illustre l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la densité de la barre. On observe une augmentation plus marquée de la vitesse de déformation lorsque la densité varie entre  $1,95 \cdot 10^{-3} \text{ g/mm}^3$  et  $7,80 \cdot 10^{-3} \text{ g/mm}^3$ , suivie d'une progression moins prononcée entre  $7,80 \cdot 10^{-3} \text{ g/mm}^3$  et  $1,17 \cdot 10^{-2} \text{ g/mm}^3$ . La vitesse de déformation semble atteindre un plateau autour de  $132 \text{ s}^{-1}$ .

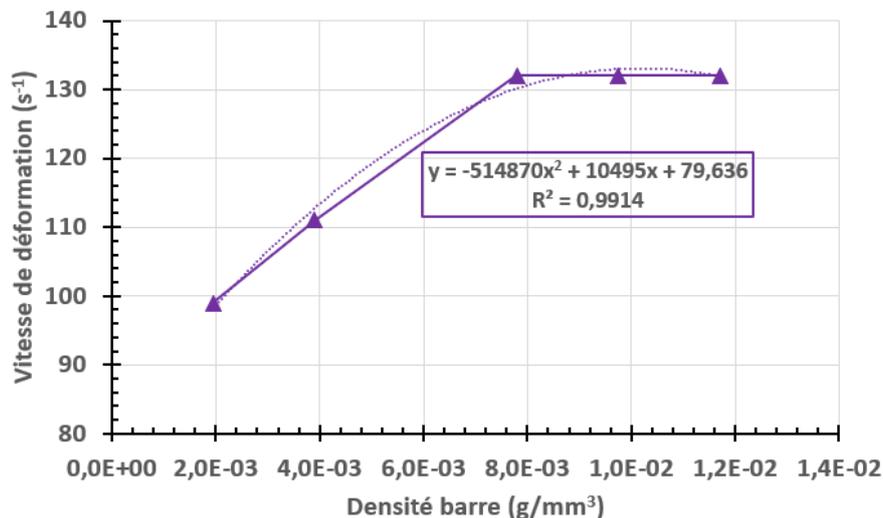


Figure 210 Évolutions de la vitesse de déformation d'une éprouvette en aluminium 2024T4 sur le DTD en fonction de la densité de la barre

## VI.3.2. Tour de chute « montage double cadre »

### VI.3.2.1. Présentation du moyen expérimental « montage double cadre »

Le dispositif de caractérisation dynamique à double cadre, élaboré lors des travaux de Aubry et al [42], a été principalement dédié aux essais dynamiques rapides impliquant des éprouvettes présentant des forces de rupture inférieures à celles caractérisées sur le dispositif DTD avec sa cellule de mesure de 120 kN. Ainsi, ce dispositif a été utilisé pour caractériser les polymères seuls, les fibres seules, ainsi que les éprouvettes des composites constitués de drapages à  $\pm 45^\circ$ , dont les forces de rupture sont moindres que celles des éprouvettes composées de plis à  $0^\circ$ . Les éprouvettes de caractérisation des polymères sont conformes à la norme ISO527-1BA, et celles pour les fibres sèches sont les mêmes que celles utilisées pour les essais statiques et quasi-statiques, permettant une comparaison aisée des propriétés des matériaux testés à différentes vitesses sans introduire de variables liées aux conceptions et dimensions des spécimens. Ce système, illustré dans la Figure 211, a été conçu en utilisant un mécanisme de double cadre.

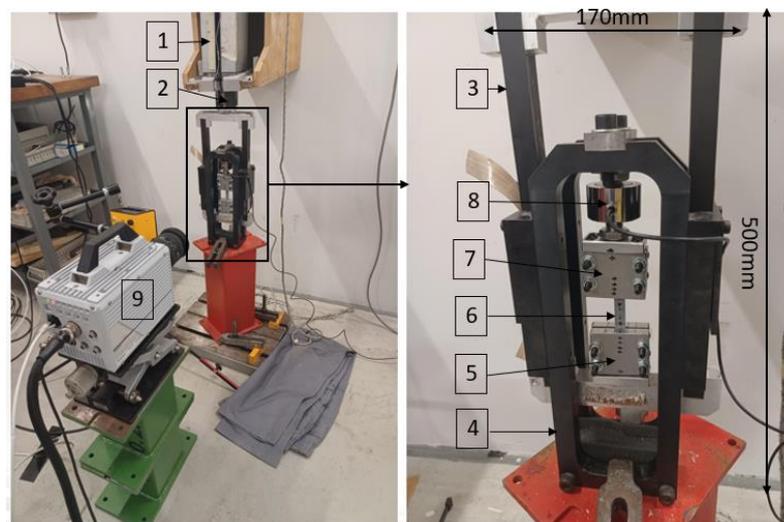


Figure 211 Présentation du moyen d'essai dynamique « Montage Double Cadre » (MDC)

Le sommet de l'éprouvette à tester {6} est fixé à un cadre immobile {4} à travers le mors supérieur {7}. En revanche, la base de l'éprouvette est liée à un cadre mobile {3} avec un mors inférieur {5}, qui peut coulisser par rapport au cadre fixe. Un poids tombant {2} est relâché d'une hauteur réglable pour contrôler la vitesse d'impact. Guidé le long d'un rail {1}, le poids impacte de manière précise et plane le haut du cadre mobile, induisant ainsi une force de traction sur l'éprouvette. Le cadre mobile, fabriqué à partir de carbone unidirectionnel « pultrudé » et d'aluminium, vise à minimiser la précharge de l'éprouvette avant l'essai. Un capteur d'effort {8} est positionné entre le cadre fixe et l'éprouvette pour mesurer l'effort pendant l'essai, au plus près de l'éprouvette. La machine offre la possibilité d'utiliser trois capteurs de capacité différents, de 5, 10 et 50 kN, permettant ainsi de tester des éprouvettes avec des forces de rupture variant de moins de 1 kN à plus de 10 kN. Les déplacements de l'éprouvette et du cadre mobile sont suivis par corrélation d'images grâce à une caméra rapide PHOTRON FASTCAM {9} opérant à une fréquence d'acquisition de 50000 images par seconde. Les dimensions et les masses associées à ce dispositif sont nettement plus réduites par rapport au dispositif DTD. En effet, la hauteur totale du montage double cadre, avec l'éprouvette installée, avoisine les 500 mm, pour une largeur de 170 mm, bien

loin des dimensions de 4290 mm de hauteur et 840 mm de largeur du DTD. De même, les masses des objets en chute libre sont également moins importantes, permettant de choisir entre des masses de 2, 4 ou 8 kg afin de générer des impacts d'énergies variées.

Les éprouvettes de caractérisation des composites sont illustrées sur la Figure 212. Celles utilisées pour les composites avec des drapages à  $\pm 45^\circ$  correspondent aux échantillons ITM 1-0002 utilisés pour les essais statiques et quasi-statiques, mais sont coupées à la moitié de la longueur de l'éprouvette, soit une longueur de 115 mm et une largeur de 25 mm, avec des talons de fibres de verre de 40 mm de long. Une série d'essais a également été réalisée avec cette machine sur quelques composites unidirectionnels avec des plis à  $0^\circ$ , afin de comparer les résultats obtenus avec l'autre dispositif d'essai dynamique. Lors de ces essais sur les composites à  $0^\circ$ , la cellule de force de 50 kN a été utilisée, et les éprouvettes étaient issues de celles employées lors des essais statiques et quasi-statiques (EN2561), mais coupées à une longueur de 120 mm, avec des talons de fibre de verre de 40 mm de long.

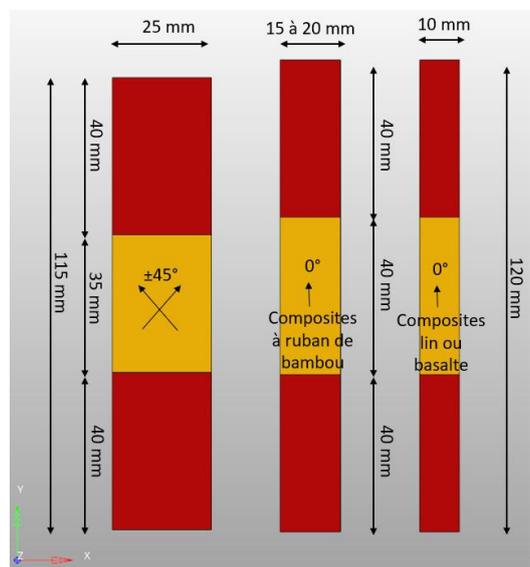


Figure 212 Eprouvettes composites utilisées avec le montage double cadre

### VI.3.2.2. Modélisation et validation du « montage double cadre »

La même approche de modélisation que celle employée pour créer le modèle Abaqus explicite correspondant au DTD a été appliquée au montage double cadre, modèle, représenté sur la Figure 213. En raison des dimensions plus réduites de cet équipement d'essai, une modélisation utilisant uniquement des éléments 3D à intégration réduite C3D8R et C3D6 a été privilégiée pour représenter de manière détaillée le dispositif, l'éprouvette composite utilisant des éléments SC8R.

La cellule de force est représentée par un élément 1D de type connecteur CON3D2, avec les propriétés ajustées en fonction des caractéristiques du capteur et de son assemblage dans le montage. L'éprouvette est liée aux mors inférieur et supérieur à l'aide d'interfaces de collage \*TIE modélisant de manière idéale le serrage de l'éprouvette dans les mors, en supposant que l'éprouvette ne glisse pas pendant l'essai. La masse tombante est également modélisée avec des éléments C3D8R, en tenant compte de sa géométrie réelle ainsi que des caractéristiques de son matériau. Les contacts sont gérés à l'aide de l'algorithme « General contact ».

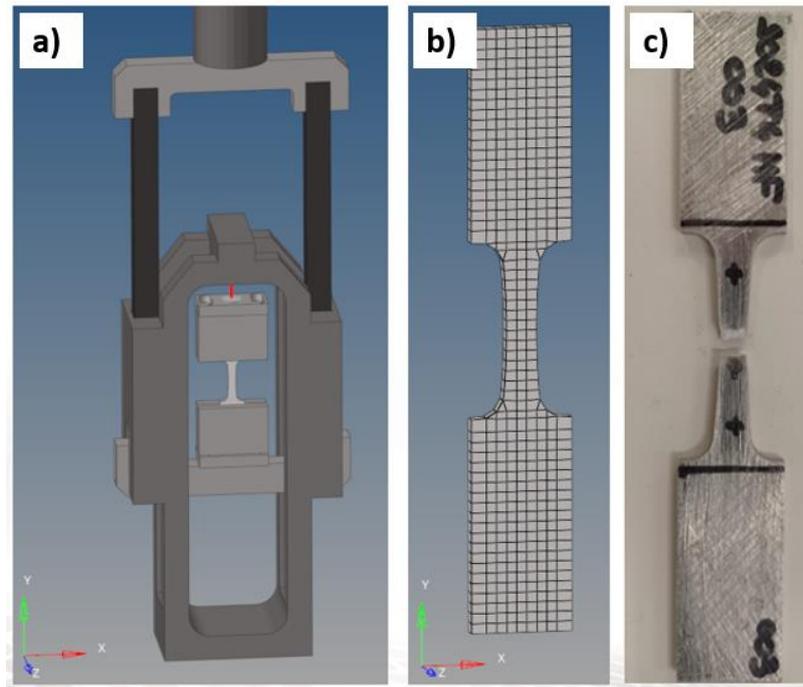


Figure 213 Modèles Abaqus Explicit (a) du montage double cadre et (b) de l'éprouvette aluminium 2024T4. (c) Faciès de rupture de l'éprouvette aluminium 2024T4.

Afin de confirmer la validité de la modélisation du montage double cadre, une éprouvette en aluminium 2024T4 a été extraite de la même plaque que celle utilisée pour fabriquer les éprouvettes de validation du modèle du dispositif de caractérisation dynamique DTD. La loi utilisée dans la simulation numérique est identique à celle obtenue par la méthode d'itération inverse du DTD. Cela doit permettre, si la corrélation est satisfaisante, de valider l'ensemble de la méthodologie de modélisation et de post-traitement, suggérant ainsi son utilisation potentielle pour la caractérisation des constituants individuels et composites.

L'essai de validation sur le dispositif double cadre a été réalisé avec une éprouvette adaptée à ce montage, comme illustré dans la Figure 213b et la Figure 213c, et en utilisant le capteur HBM U9C d'une capacité de 50 kN. Une masse tombante de 8 kg a été choisie avec une hauteur de chute permettant d'atteindre une vitesse à l'impact de 4 m/s. La vitesse de déformation mesurée à l'aide de l'extensomètre virtuel, avec une longueur de référence de 20 mm, a été identifiée à  $101 \text{ s}^{-1}$ , une valeur cohérente avec la plage de vitesse de déformation ciblée entre  $80 \text{ s}^{-1}$  et  $100 \text{ s}^{-1}$  et surtout comparable avec la vitesse de déformation de  $122 \text{ s}^{-1}$  mesurée lors des essais équivalents le DTD.

Les résultats expérimentaux, illustrés par les courbes noires, enregistrés pendant l'essai sont présentés dans la Figure 214a pour la courbe temporelle du capteur d'effort, et dans la Figure 214b pour l'extensomètre virtuel. Une corrélation satisfaisante entre les signaux expérimentaux et les courbes issues des simulations numériques (courbes bleues) est observée, tant au niveau des courbes temporelles de force que d'allongement. Une légère divergence apparaît dans la deuxième partie du signal de force, attribuable à l'absence d'endommagement ou de rupture implémentés dans la loi représentant l'aluminium 2024T4 dans la simulation Abaqus explicit. En se concentrant sur le début de la courbe, correspondant à la partie élastique et au début de la partie plastique de la courbe de plasticité, la corrélation est satisfaisante, validant ainsi les deux modèles représentant les

dispositifs de caractérisation dynamique par méthode d'identification inverse. Il est donc désormais possible d'appliquer la méthodologie et les simulations explicites pour tenter d'identifier les caractéristiques des matériaux des constituants et des composites en dynamique rapide.

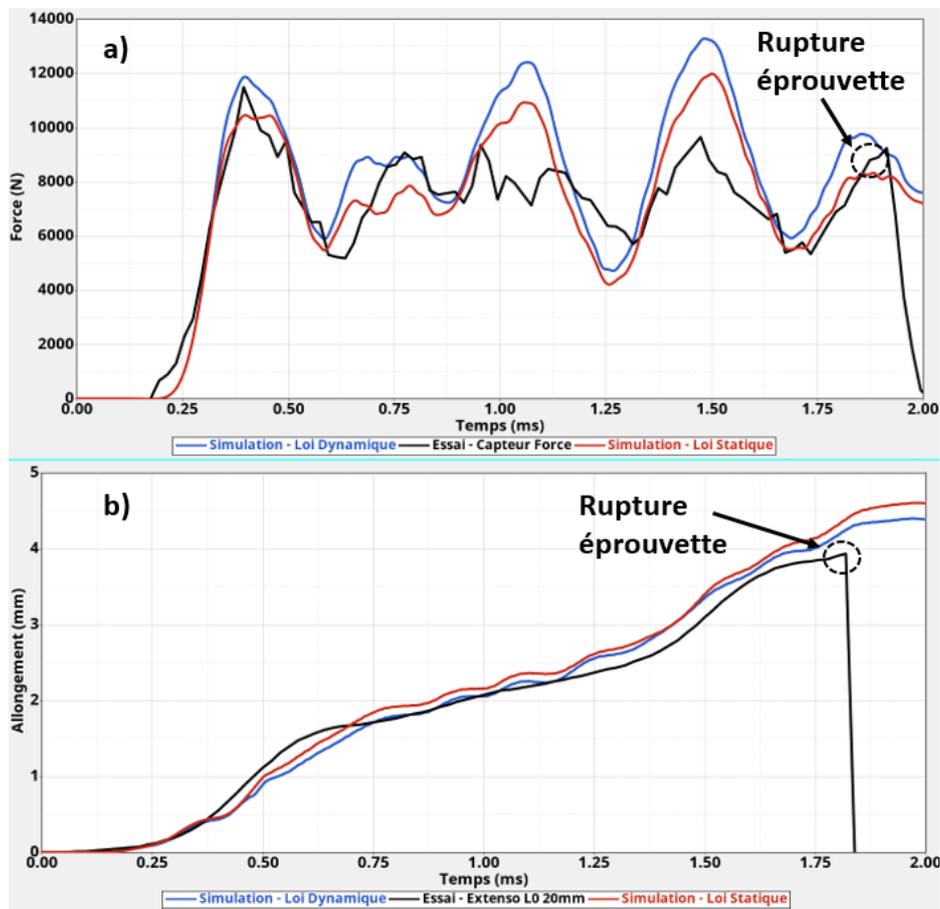


Figure 214 Comparisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides à  $101\text{s}^{-1}$  sur aluminium 2024T4 sur le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

## Bilan de la Partie VI

Ce chapitre a permis de présenter la méthodologie choisie pour caractériser les matériaux en dynamique rapide à des vitesses de déformation cibles de  $100 \text{ s}^{-1}$ , en utilisant des tours de chute couplées à la méthode d'identification inverse basée sur des simulations Abaqus Explicit. La première tour de chute exposée dans cette section se dénomme le "Dispositif de Traction Dynamique" (DTD) et représente une innovation en cours de développement au laboratoire ICA de Toulouse élaborée en partie dans le cadre des travaux Ce dispositif est utilisé pour la caractérisation dynamique de matériaux composites à  $0^\circ$ . Le second dispositif, un système de caractérisation dynamique à double cadre, a également été présenté. Il est principalement dédié aux essais dynamiques rapides impliquant des éprouvettes avec des forces de rupture inférieures, telles que celles des polymères purs, des fibres seules et des composites à  $45^\circ$ . Les modélisations correspondantes à ces deux tours de chute ont été détaillées avant d'être validées par la méthode d'identification inverse sur des éprouvettes dont la loi de comportement était préalablement connue. Cette validation a démontré que la méthodologie permet une corrélation satisfaisante à la fois sur les courbes temporelles de l'effort mesuré par les cellules d'effort et sur les courbes expérimentales des allongements des extensomètres virtuels des éprouvettes, suivis par corrélation d'images grâce à une caméra rapide opérant à une fréquence d'acquisition de 50 000 images par seconde.

Cette étape cruciale de validation de l'approche de caractérisation dynamique, en utilisant les deux tours de chute et les simulations numériques associées, permet de caractériser les différents constituants et composites constitués de drapages à  $0^\circ$ , à  $45^\circ$  et à  $90^\circ$ .

## Partie VII. Développement d'une loi matériau utilisateur

Ce chapitre a pour objectif de présenter la loi utilisateur développée pour le solveur Abaqus Explicit, intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation tant sur la loi de comportement que sur les paramètres d'endommagement. Dans la, les principales lois existantes utilisées dans les simulations explicites pour représenter le comportement des matériaux soumis à des sollicitations telles que les crashes et impacts sont présentées. Ensuite, la formulation de la loi utilisateur retenue est détaillée de manière exhaustive. Cette loi est validée à différentes échelles, en commençant par une échelle élémentaire avant d'être appliquée aux modèles de tours de chute. Les résultats obtenus sont ensuite comparés aux données expérimentales correspondantes afin de vérifier la cohérence et la fiabilité des simulations numériques.

### VII.1. Introduction aux lois matériaux avec effet de la vitesse de déformation

Les modèles de matériaux intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation constituent donc des outils puissants dans les simulations numériques explicites appliquées à un large éventail de secteurs tels que l'aéronautique, l'automobile, les procédés d'usinage, et les applications militaires, entre autres. Deux approches principales émergent dans ces modélisations :

- D'une part, les modèles empiriques et semi-physiques qui demeurent les plus répandus en raison de leur simplicité. Issus de l'analyse phénoménologique dérivée des données expérimentales, ces modèles offrent une représentation directe du comportement du matériau en fonction de sa réponse à différentes sollicitations. Dans cette section, nous allons approfondir ce type de modèle de matériau, car c'est sur ces principes que nous avons décidé de nous appuyer à une échelle à la fois mésoscopique et macroscopique.
- D'autre part, les modèles physiques, d'une nature plus déductive, s'efforcent de déterminer le comportement macroscopique des matériaux en décrivant l'évolution de leur microstructure. Ces modèles intègrent les mécanismes fondamentaux de déformation, offrant ainsi une vision plus approfondie et une représentation plus précise du comportement du matériau. Cependant, leur nécessité de fonctionner à une échelle de modélisation très fine peut parfois poser des défis en termes de performance et de rapidité de calcul.

Johnson et Cook ont élaboré une loi empirique [136], [137] à partir d'observations expérimentales, visant une intégration aisée dans les logiciels de calcul. Inspiré du modèle de Ludwik [136], celui-ci intègre les effets de la vitesse de déformation, de l'écroutissement et de la température.

$$\sigma = [A + B \varepsilon_p^n] \left[ 1 + C \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] \left[ 1 - \left( \frac{T - T_0}{T_m - T_0} \right)^m \right]$$

Le premier terme  $[A + B \varepsilon_p^n]$  reflète la fonction d'écroutissement lorsque  $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0$  et  $T = T_0$ . Dans cette configuration,  $A$  représente la limite d'élasticité du matériau, et  $B$  et  $n$  correspondent aux paramètres d'écroutissement. Le second terme  $\left[ 1 + C \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right]$  décrit l'impact de la vitesse de

déformation, où  $C$  représente sa sensibilité et  $\dot{\epsilon}_0$  correspond à la vitesse de déformation de référence. Enfin, le troisième terme  $\left[1 - \left(\frac{T-T_0}{T_m-T_0}\right)^m\right]$  traduit l'effet de la température appelé adoucissement thermique. Le coefficient  $m$  détermine la réceptivité de la contrainte à la variation de température, tandis que  $T_0$  symbolise la température ambiante et  $T_m$ , la température de fusion. Cette approche phénoménologique, adoptée pour concevoir ce modèle, permet d'isoler les influences de la vitesse de déformation, de la température et de l'écroutissage sur la contrainte d'écoulement. Selon Jeunechamps [135], au-delà des vitesses de déformation de  $1000 \text{ s}^{-1}$ , cette loi pourrait ne plus être valide, car ses prévisions sous-estiment la contrainte à des vitesses de déformation élevées. Pour pallier cela, dans leurs travaux, Holmquist et Johnson [144] ont ajusté l'expression du terme de vitesse de déformation. Ils modifient le paramètre  $C$  en l'intégrant en tant qu'exposant. Cette nouvelle formulation est appliquée pour des vitesses de déformation atteignant  $100\,000 \text{ s}^{-1}$  sur un alliage de titane.

$$\sigma = (A + B\varepsilon_p^n) \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^C \left[1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0}\right)^m\right]$$

La loi de comportement de Johnson Cook demeure l'une des formulations les plus couramment utilisées dans les logiciels de calcul pour décrire les comportements des matériaux métalliques, polymères, voire parfois des matériaux composites. Une étude menée par Hu et al. [139] a par exemple porté sur la caractérisation des échantillons composites  $[0^\circ, 90^\circ]$  à base de fibres de lin et de résine époxy, avec un taux massique de fibre de 48%. Utilisant un dispositif d'essais de type barre d'Hopkinson, ils ont soumis ces échantillons à des sollicitations de compression atteignant des vitesses de déformation de  $2200 \text{ s}^{-1}$ . Ils ont remarqué que les courbes contrainte-déformation obtenues (Figure 215), présentaient une forme similaire à celles des matériaux métalliques typiques. Ainsi, ils ont opté pour l'utilisation d'une loi de type Johnson Cook en se basant sur les paramètres d'écroutissage et de sensibilité à la vitesse de déformation, excluant les termes liés aux températures en raison de la complexité des mesures pour ces paramètres. L'identification des paramètres de cette loi a permis une reproduction convaincante des observations expérimentales entre  $0.006 \text{ s}^{-1}$  et  $2200 \text{ s}^{-1}$ , démontrant ainsi que ces lois de comportement peuvent également être applicables pour modéliser le comportement de certains matériaux composites, notamment avec des drapages  $[0^\circ, 90^\circ]$ .

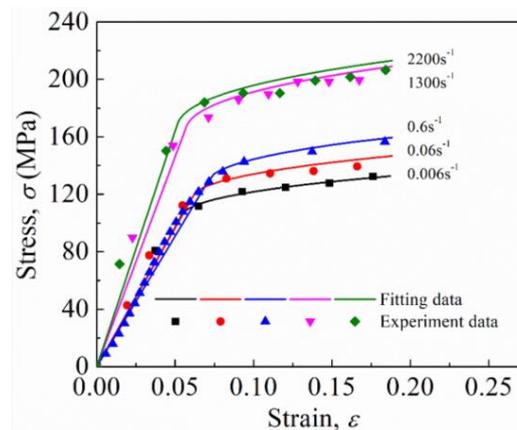


Figure 215 : Courbes contrainte-déformation d'un composite Lin/Epoxy en compression pour des vitesses de déformation comprises entre  $6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $2220 \text{ s}^{-1}$  [139]

Les modèles semi-physiques adoptent une approche davantage ancrée dans des considérations physiques, souvent en émettant des hypothèses sur la nature des mécanismes de déformation impliqués. Parmi les modèles les plus sophistiqués, on distingue le modèle de Zerilli-Armstrong [140]. Le modèle de Zerilli-Armstrong propose une formulation différente pour les matériaux de structure cubique centrée :

$$\sigma = C_0 + C_1 \varepsilon_p^n \left[ \exp \left( -C_3 T + C_4 T \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right) \right] + C_5 \varepsilon_p^n$$

Et cubique à faces centrées :

$$\sigma = C_0 + C_2 \varepsilon_p^n \left[ \exp \left( -C_3 T + C_4 T \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right) \right]$$

Dans ces équations, les coefficients  $C_0$ ,  $C_1$ ,  $C_2$  et  $C_5$  sont exprimés en MPa,  $C_3$  et  $C_4$  en  $K^{-1}$ , tandis que  $n$  est un coefficient d'écroûissage sans dimension. Le terme  $C_0$  peut être ajusté pour tenir compte de la taille moyenne des grains du matériau en utilisant la relation de Hall-Petch, donnée par  $C_0 = \sigma_0 + k d^{-1/2}$ , où  $\sigma_0$  représente la limite élastique du matériau,  $d$  la taille moyenne des grains et  $k$  un coefficient spécifique du matériau [141]. Ces deux formulations permettent de prendre en compte de manière conjointe l'impact de l'écroûissage, de la vitesse de déformation et de la température sur la contrainte d'écoulement du matériau. En effet, des observations expérimentales [142], [143] ont montré que ce coefficient d'écroûissage diminue à mesure que la vitesse de sollicitation du matériau augmente.

Plusieurs méthodes ont été utilisées pour modéliser la réponse des matériaux composites et leur dépendance à la vitesse de déformation. Des modèles ont ainsi été élaborés à la fois au niveau macro mécanique donc au niveau des plis et au niveau micromécanique c'est à dire au niveau des constituants. L'échelle choisie pour la modélisation lors de nos travaux se situant plutôt à l'échelle macroscopique voir mésoscopique, les lois et travaux correspondant à cette échelle seront présentées ci-dessous. Dans l'approche macro mécanique, le matériau composite est modélisé en tant que matériau anisotrope et homogène, sans tenir compte des constituants individuels. Weeks et Sun [145] ont développé un modèle macro mécanique dépendant de la vitesse de déformation pour analyser la réponse non linéaire de composites sur une variété de vitesses de déformation. En s'appuyant sur les travaux antérieurs menés par Yoon et al. [146], Gates et al. [147] et Chen et al. [148], le comportement d'un matériau thermoplastique renforcé de fibres de carbone, AS4/PEEK, a été simulé en utilisant un modèle de potentiel plastique 3D. Le composite étant supposé être transversalement isotrope dans le plan 2-3 et élastique linéaire dans la direction des fibres, ce potentiel plastique se réduit à l'équation suivante, où  $a_{66}$  est un coefficient indiquant l'anisotropie en plasticité :

$$f = \frac{1}{2} [(\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + 4\sigma_{23}^2 + 2a_{66}(\sigma_{13}^2 + \sigma_{12}^2)]$$

La manière dont la sensibilité à la vitesse de déformation est prise en compte s'inspire des modèles de matériaux de type Johnson-Cook, où un coefficient multiplicateur est appliqué à la contrainte  $\bar{\sigma}$  dans le domaine plastique. Ici,  $\bar{\sigma}^*$ ,  $\dot{\varepsilon}^p$ ,  $\dot{\varepsilon}_0^p$  et  $C$  représentent respectivement la contrainte effective,

la vitesse de déformation plastique équivalente, la vitesse de déformation de référence et le coefficient de dépendance au taux de déformation. La formule correspondante se décrit alors sous la forme :

$$\bar{\sigma} = \bar{\sigma}^* \left( 1 + C \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}^p}{\dot{\varepsilon}_0^p} \right) \right)$$

La vitesse de déformation plastique équivalente effective est évaluée en utilisant la fonction suivante

$$\dot{\varepsilon}^p = \sqrt{\frac{1}{6} \left[ (\dot{\varepsilon}_{22}^p - \dot{\varepsilon}_{33}^p)^2 + \frac{2}{a_{66}} (\dot{\gamma}_{12}^p)^2 + (\dot{\gamma}_{23}^p)^2 \right]}^{1/2}$$

En ajustant les paramètres à  $a_{66} = 2.0$  et  $C = 0.02$ , le modèle développé par Weeks et Sun a réussi à reproduire de manière significative les courbes contraintes-déformations des composites AS4/PEEK avec des orientations de drapage à  $[\pm 15^\circ]_{2s}$ ,  $[\pm 30^\circ]_{2s}$  et  $[\pm 45^\circ]_{2s}$ . Le comportement non linéaire est fidèlement reproduit pour différentes orientations des plis, comme illustré dans la Figure 217, où les courbes issues des simulations numériques réalisées avec le solveur ABAQUS explicite sont comparées aux courbes expérimentales pour des vitesses de déformation de  $1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  avec une vitesse de déformation de référence de  $1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

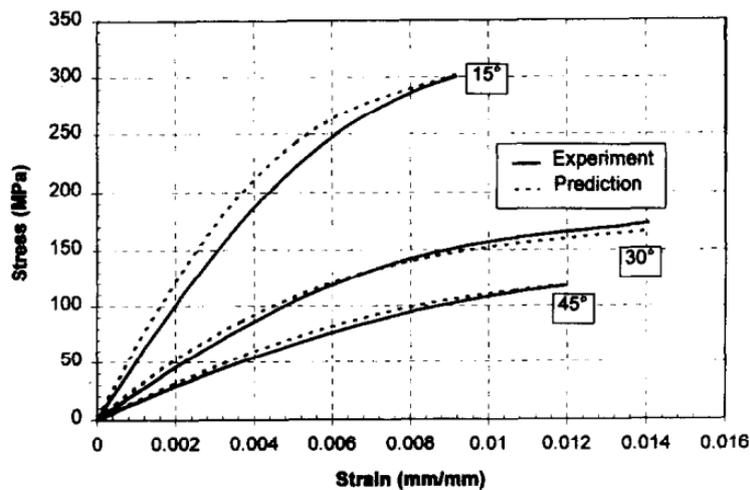


Figure 216 : Courbes contrainte-déformation de composites AS4/PEEK en compression pour des vitesses de déformation comprises entre  $1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  [145]

Par la suite, Thiruppukuzhi et al [149] ont adapté cette méthode pour intégrer directement la sensibilité à la vitesse de déformation dans les propriétés mécaniques du matériau. De manière similaire, Espinosa et al. [148] ont adopté une approche semblable, mais ont spécifiquement reformulé les éléments finis pour obtenir une meilleure réponse dynamique observée lors des problèmes d'impact à haute vitesse. Rozycki [151] ainsi que Marguet [152] ont réalisé des travaux significatifs concernant le développement de lois de comportement pour les matériaux composites soumis à des charges de type crash et impact. Leur modèle, implémenté via une loi utilisateur VUMAT pour ABAQUS Explicit, est fondé sur une loi orthotrope caractérisée par une élasticité linéaire dans les axes des fibres et de la matrice, tout en intégrant une pseudo plasticité pour le cisaillement intra laminaire. Une de leurs hypothèses majeures concerne la méthode d'estimation

de la vitesse de déformation lors des simulations numériques, privilégiant la formulation du second invariant du tenseur des déformations élastiques.

$$\dot{\epsilon}_e = \sqrt{\frac{4}{3}(\dot{\epsilon}_{e11}^2 + \dot{\epsilon}_{e22}^2 + \dot{\epsilon}_{e11}\dot{\epsilon}_{e22} + \dot{\epsilon}_{e12}^2)}$$

Dans les recherches de Marguet [150], l'adaptation du modèle quasi-statique au cas dynamique s'opère de manière similaire à un modèle de Johnson-Cook, en ajustant certaines variables en fonction de la vitesse de déformation. Ainsi, les modules d'élasticité  $E_1$ ,  $E_2$  et  $G_{12}$ , les paramètres d'évolution de l'endommagement et la contrainte d'amorçage du cisaillement plastique intralaminare  $\sigma_{y12}$  deviennent des fonctions de la vitesse de déformation :

$$\xi(\dot{\epsilon}_e) = \xi(\dot{\epsilon}_{ref}) \left[ 1 + D_\xi \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_e}{\dot{\epsilon}_{ref}}\right) + \ln(m_\xi) \right]^{n_\xi}$$

Où  $\xi$  représente toutes les variables citées ci-dessus,  $\dot{\epsilon}_{ref}$  une vitesse de déformation de référence,  $D_\xi$ ,  $m_\xi$  et  $n_\xi$  sont des coefficients propres à chacun ces paramètres.

Il est à noter qu'actuellement, il manque une loi spécifique prenant en compte l'effet de la vitesse de déformation pour les composites unidirectionnels sous Abaqus Explicit, un outil essentiel tant dans cette thèse que chez Airbus. Cette lacune ouvre ainsi la voie à une nouvelle approche pour évaluer la résistance des matériaux composites face à des sollicitations dynamiques rapides. Nous envisageons de nous appuyer sur les travaux novateurs de Marguet [152] comme point de départ, une référence solide, afin de développer un modèle adaptable selon les observations issues de futures campagnes expérimentales, qu'elles soient statiques ou dynamiques, menées sur notre vaste éventail de matériaux. Cette approche permettra de repousser les frontières du dimensionnement des composites et d'optimiser leur performance.

## VII.2. Formulation théorique de la loi matériau retenue

En nous appuyant sur les observations expérimentales en statique et quasi-statique, ainsi que sur les informations recueillies dans les recherches bibliographiques exposées dans les chapitres II.3.3 et II.3.4, il est clair que les effets de la vitesse de déformation doivent être pris en compte dans l'évolution du module longitudinal et transversal pour les composites constitués de plis à  $0^\circ$ , dans l'évolution du module transversal pour les composites avec des plis à  $90^\circ$ , et dans l'évolution du module de cisaillement et de la pseudo-plasticité pour les composites comportant des plis à  $\pm 45^\circ$ . Étant donné que le solveur Abaqus Explicit ne dispose pas nativement d'une loi prenant en compte ce phénomène de pseudo-plasticité ni de la vitesse de déformation, nous avons développé une loi utilisateur VUMAT en FORTRAN, implémentée via une sous-routine afin de nous approcher au mieux des observations expérimentales. Cette VUMAT est de type viscoélastique orthotrope dans les directions longitudinale et transversale, tandis qu'elle est élastoviscoplastique avec un écrouissage isotrope non linéaire pour le cisaillement intralaminare, formulée dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles.

Avant d'être appliquée aux simulations numériques correspondant aux campagnes expérimentales dynamiques, la loi sera d'abord validée sur un modèle élémentaire. Les composites à base de fibre

de basalte et de résine PA11 ont démontré des performances intéressantes et une certaine sensibilité à la vitesse de déformation lors des différentes campagnes d'essais, ce qui en fait des candidats idéaux pour la validation de la loi. Ces composites ont été caractérisés avec différents types de stratifiés, notamment des composites constitués de 8 plis à 0°, de 8 plis à ± 45° et de 8 plis à 90°, soumis à plusieurs vitesses de sollicitations. Cette diversité de configurations a permis de recueillir un large éventail de données expérimentales, fournissant ainsi une base solide pour le développement de la loi de comportement pour les simulations numériques. Les paramètres matériau utilisés dans la loi utilisateur sont issus des résultats des campagnes expérimentales statiques et quasi-statiques présentés dans le chapitre IV.3, ainsi que des résultats des campagnes expérimentales dynamiques sur les tours de chutes exposés dans le chapitre VIII.3.

L'objectif est de reproduire les comportements observés sur les composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques, en prenant en compte l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques et sur les endommagements.

La loi de comportement est formulée dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles, elle est écrite en déformation sous l'hypothèse des contraintes planes :

$$\sigma_{ij} = S_{ij} \varepsilon_{eij}$$

Où  $\varepsilon_{eij}$  représente le vecteur des déformations élastiques,  $\sigma_{ij}$  le vecteur de contrainte associé et  $S_{ij}$  la matrice de raideur du comportement orthotrope. Son expression détaillée devient :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{E_1^{dyn*}}{1 - \nu_{12}^* \nu_{21}^*} & \frac{\nu_{12}^* E_2^{dyn*}}{1 - \nu_{12}^* \nu_{21}^*} & 0 \\ \frac{\nu_{21}^* E_1^{dyn*}}{1 - \nu_{12}^* \nu_{21}^*} & \frac{E_2^{dyn*}}{1 - \nu_{12}^* \nu_{21}^*} & 0 \\ 0 & 0 & 2G_{12}^{dyn*} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{e11} \\ \varepsilon_{e22} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{e12} \end{pmatrix}$$

Avec  $E_1^{dyn*}$ ,  $E_2^{dyn*}$ ,  $G_{12}^{dyn*}$  qui correspondent aux modules d'élasticité et  $\nu_{12}^*$ ,  $\nu_{21}^*$  les coefficients de poisson.

Les variables d'endommagements  $d_1$ ,  $d_2$  et  $d_{12}$  sont introduites dans la matrice de rigidité par les expressions :

$$E_1^{dyn*} = (1 - d_1) E_1^{dyn}$$

$$E_2^{dyn*} = (1 - d_2) E_2^{dyn}$$

$$G_{12}^{dyn*} = (1 - d_{12}) G_{12}^{dyn}$$

$$\nu_{12}^* = (1 - d_1) \nu_{12}$$

$$\nu_{21}^* = (1 - d_2) \nu_{21}$$

Avec  $E_1^{dyn}$ ,  $E_2^{dyn}$ ,  $G_{12}^{dyn}$ ,  $\nu_{12}$  et  $\nu_{21}$  correspondant respectivement aux modules d'élasticité et aux coefficients de poisson non endommagés.

La loi de comportement orthotrope devient alors :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{(1-d_1)E_1^{dyn}}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} & \frac{(1-d_1)(1-d_2)v_{12}E_2^{dyn}}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} & 0 \\ \frac{(1-d_2)(1-d_1)v_{21}E_1^{dyn}}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} & \frac{(1-d_2)E_2^{dyn}}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} & 0 \\ 0 & 0 & 2(1-d_{12})G_{12}^{dyn} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{e11} \\ \varepsilon_{e22} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{e12} \end{pmatrix}$$

Pour pouvoir définir les variables d'endommagement et intégrer le phénomène de pseudo plasticité constaté en cisaillement, nous adoptons l'énergie libre d'Helmholtz sous la forme suivante :

$$\rho\psi = \frac{1}{2} (\varepsilon_{eij})^T [S_{ij}] (\varepsilon_{eij}) + \frac{Q_{12}}{\beta_{12}+1} p^{(\beta_{12}+1)}$$

Avec  $\rho$  la masse volumique,  $p$  la déformation plastique cumulée et  $Q_{12}$  et  $\beta_{12}$  des paramètres matériaux associés à un écrouissage isotrope non linéaire. Pour une formulation adaptée aux algorithmes des codes de calcul en dynamique explicite, il est préférable d'utiliser le potentiel d'énergie libre basé sur le tenseur des déformations.

$$\rho\psi = \frac{1}{2} \left( \frac{(1-d_1)E_1^{dyn} \varepsilon_{e11}^2}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} + \frac{(1-d_2)(1-d_1)v_{21}E_1^{dyn} \varepsilon_{e22} \varepsilon_{e11}}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} + \frac{(1-d_1)(1-d_2)v_{12}E_2^{dyn} \varepsilon_{e11} \varepsilon_{e22}}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} + \frac{(1-d_2)E_2^{dyn} \varepsilon_{e22}^2}{1-(1-d_1)(1-d_2)v_{12}v_{21}} + 4\varepsilon_{e12}^2 (1-d_{12})G_{12}^{dyn} \right) + \frac{Q_{12}}{\beta_{12}+1} p^{(\beta_{12}+1)}$$

Les lois d'état sont obtenues par dérivation de ce potentiel :

$$\begin{aligned} Y_1 &= -\rho \frac{\delta\psi}{\delta d_1} \\ &= \\ \frac{1}{2} &\left( \frac{\left( (E_2^{dyn} d_2^2 - 2E_2^{dyn} d_2 + E_2^{dyn}) \varepsilon_{e22}^2 v_{12} + (E_1^{dyn} - E_1^{dyn} d_2) \varepsilon_{e11} \varepsilon_{e22} \right) v_{21} + (E_2^{dyn} - E_2^{dyn} d_2) \varepsilon_{e11} \varepsilon_{e22} v_{12} + E_1^{dyn} \varepsilon_{e11}^2}{((d_1^2 - 2d_1 + 1)d_2^2 + (-2d_1^2 + 4d_1 - 2)d_2 + d_1^2 - 2d_1 + 1)v_{12}^2 v_{21}^2 + ((2-2d_1)d_2 + 2d_1 - 2)v_{12}v_{21} + 1} \right) \\ Y_2 &= -\rho \frac{\delta\psi}{\delta d_2} \\ &= \\ \frac{1}{2} &\left( \frac{\left( (E_1^{dyn} d_1^2 - 2E_1^{dyn} d_1 + E_1^{dyn}) \varepsilon_{e11}^2 v_{12} + (E_1^{dyn} - E_1^{dyn} d_1) \varepsilon_{e11} \varepsilon_{e22} \right) v_{21} + (E_2^{dyn} - E_2^{dyn} d_1) \varepsilon_{e11} \varepsilon_{e22} v_{12} + E_2^{dyn} \varepsilon_{e22}^2}{((d_1^2 - 2d_1 + 1)d_2^2 + (-2d_1^2 + 4d_1 - 2)d_2 + d_1^2 - 2d_1 + 1)v_{12}^2 v_{21}^2 + ((2-2d_1)d_2 + 2d_1 - 2)v_{12}v_{21} + 1} \right) \\ Y_{12} &= -\rho \frac{\delta\psi}{\delta d_{12}} = 2G_{12}^{dyn} (\varepsilon_{e12})^2 = 2G_{12}^{dyn} (\varepsilon_{t12} - \varepsilon_{p12})^2 \\ R &= \rho \frac{\delta\psi}{\delta p} = Q_{12} \cdot p^{\beta_{12}} \end{aligned}$$

Où  $Y_1, Y_2$  et  $Y_{12}$  désignent les taux de restitution d'énergie exprimés en  $\text{mJ}/\text{mm}^3$ ,  $R$  la contrainte d'écrouissage,  $\varepsilon_{t12}$  la déformation totale et  $\varepsilon_{p12}$  la déformation plastique.

L'introduction de la pseudo plasticité se fait de manière classique :

$$f = \frac{|\sigma_{12}|}{1 - d_{12}} - R - \sigma_{y12}^{dyn}$$

Avec  $\sigma_{y12}^{dyn}$  correspondant à la limite d'élasticité en cisaillement plan. Les lois d'évolutions répondent alors aux formulations suivantes :

$$\dot{\epsilon}_{p12} = \dot{\lambda}_p \frac{\delta \psi}{\delta \sigma_{12}^{dyn}}$$

$$\dot{p} = -\dot{\lambda}_p \frac{\delta f}{\delta R}$$

Où  $\lambda_p$  représente le multiplicateur de plasticité estimé en vérifiant  $\dot{f} = 0$  au cours de l'écoulement plastique mais également les conditions :  $f \dot{\lambda}_p = 0, f \leq 0$  et  $\dot{\lambda}_p \geq 0$

$$\dot{\lambda}_p = \frac{f}{\left(\frac{\delta f}{\delta R} \frac{\delta R}{\delta p} \frac{\delta f}{\delta R}\right) - \left(\frac{\delta f}{\delta \sigma_{12}^{dyn}} \frac{\delta \sigma_{12}^{dyn}}{\delta \epsilon_{p12}} \frac{\delta f}{\delta \sigma_{12}^{dyn}}\right)} = \frac{f}{Q_{12} * (\beta_{12} - 1) * p^{\beta_{12}} + 2(1 - d_{12}) * G_{12}^{dyn}}$$

Les équations permettant de décrire l'évolution des variables d'endommagement  $d_1, d_2$  et  $d_{12}$  repose généralement sur les observations de campagnes expérimentales, elles sont ici choisies avec les expressions suivantes :

$$d_1 = (Y_1 - Y_1^0)/Y_1^c \text{ si } Y_1 < Y_1^r, \text{ sinon } d_1 = 1$$

$$d_2 = (Y_2 - Y_2^0)/Y_2^c \text{ si } Y_2 < Y_2^r, \text{ sinon } d_2 = 1$$

$$d_{12} = (\ln Y_{12} - \ln Y_{12}^0)/Y_{12}^c \text{ si } Y_{12} < Y_{12}^r, \text{ sinon } d_{12} = 1$$

Où  $Y_i^0, Y_i^c$  et  $Y_i^r$  avec  $i = 1, 2$  ou  $12$  sont les paramètres énergétiques (mJ/mm<sup>3</sup>) permettant de contrôler l'initiation de l'endommagement, la vitesse d'évolution de l'endommagement et la rupture.

La prise en compte des effets de la vitesse de déformations sur les paramètres des matériaux composites est faite par l'intermédiaire de fonctions logarithmiques inspirées des formulations de type Johnson-Cook, expression inspirée de Marguet et al [152]. Les modules d'élasticité dans le sens longitudinal, transversal, cisaillement plan et la limite d'élasticité du cisaillement intralaminare sont définies en fonction de la vitesse de déformation :

$$E_1^{dyn} = E_1^{stat} * \left(1 + D_1 \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_e}{\dot{\epsilon}_{ref}}\right)\right)$$

$$E_2^{dyn} = E_2^{stat} * \left(1 + D_2 \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_e}{\dot{\epsilon}_{ref}}\right)\right)$$

$$G_{12}^{dyn} = G_{12}^{stat} * \left(1 + D_{12} \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_e}{\dot{\epsilon}_{ref}}\right)\right)$$

$$\sigma_{y12}^{dyn} = \sigma_{y12}^{stat} * (1 + D_{SY12} \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_e}{\dot{\varepsilon}_{ref}} \right))$$

Où les coefficients  $D_1, D_2, D_{12}$  et  $D_{SY12}$  sont les paramètres permettant de prendre en compte les effets de la vitesse de déformation entre les paramètres mesurés en statique avec la vitesse de déformation de référence  $\dot{\varepsilon}_{ref}$  et ceux observés en dynamique à  $\dot{\varepsilon}_e$ .

La méthode d'estimation du paramètre  $\dot{\varepsilon}_e$  est basée sur la formulation du second invariant du tenseur des déformations élastiques, expression provenant des travaux de Rozycki et al [151] :

$$\dot{\varepsilon}_e = \sqrt{\frac{4}{3} (\dot{\varepsilon}_{e11}^2 + \dot{\varepsilon}_{e22}^2 + \dot{\varepsilon}_{e11}\dot{\varepsilon}_{e22} + \dot{\varepsilon}_{e12}^2)}$$

L'intégration des effets de la vitesse de déformation sur les variables d'endommagements repose sur des expressions similaires à celles utilisées pour les modules d'élasticité du matériau :

$$Y_i^{0\ dyn} = Y_i^{0\ stat} * (1 + D_{Y_i}^0 \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_e}{\dot{\varepsilon}_{ref}} \right))$$

$$Y_i^c\ dyn = Y_i^c\ stat * (1 + D_{Y_i}^c \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_e}{\dot{\varepsilon}_{ref}} \right))$$

$$Y_i^r\ dyn = Y_i^r\ stat * (1 + D_{Y_i}^r \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_e}{\dot{\varepsilon}_{ref}} \right))$$

Les termes  $D_{Y_i}^0, D_{Y_i}^c$  et  $D_{Y_i}^r$  permettent d'ajuster les effets de la vitesse de déformation entre les caractérisations statiques et dynamiques respectivement sur les paramètres d'initiation, d'évolution et de ruptures des variables d'endommagement.

### VII.3. Validations numériques

#### VII.3.1. Validation sur modèles élémentaires

Pour valider la loi matériau une première étape de validation a été entreprise. Elle consiste à utiliser un modèle simplifié comme présenté sur la Figure 217, modèle intégrant cette loi matériau sur un élément de type coque à intégration réduite S4R de dimension 5mm x 5mm dans le logiciel Abaqus Explicit. Cette loi unique doit être capable de reproduire les comportements attendus pour différentes configurations de stratifiés, qu'ils soient composés de 2 plis à 0°, 2 plis à ±45° ou 2 plis à 90°, et ce, quelle que soit la vitesse de déformation rencontrée.

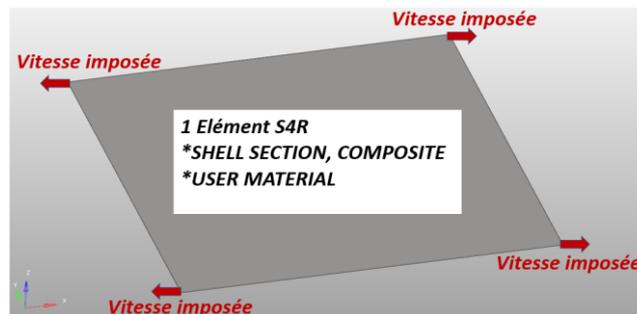


Figure 217 Représentation du modèle élémentaire de validation de la VUMAT

La sensibilité à la vitesse de déformation est activée pour le module d'élasticité longitudinal, les modules d'élasticité transversaux et de cisaillement intralaminaires, ainsi que sur la limite d'élasticité en cisaillement. Bien que les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation concernant l'endommagement et la rupture soient intégrés dans la loi, leur variation est figée lors des simulations de validation. Deux vitesses de sollicitation ont été utilisées lors de ces analyses : une première visant à obtenir une vitesse de déformation de référence d'environ  $1 \cdot 10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ , et une seconde pour atteindre une vitesse de déformation d'environ  $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ . Les paramètres permettant de tenir compte des effets de la vitesse de sollicitation ont tous été fixés arbitrairement à 0,2 pour faciliter l'interprétation des courbes résultantes des calculs. En utilisant la formule suivante, les facteurs d'échelle seront donc approximativement de 1,6 pour les modules d'élasticité et la limite d'élasticité en cisaillement intralaminaires. En effet, ces propriétés évoluent de la manière suivante :

$$X^{dyn} = X^{stat} * \left( 1 + D \ln \left( \frac{\dot{\epsilon}_e}{\dot{\epsilon}_{ref}} \right) \right) = X^{stat} * (1 + 0.2 * \ln \left( \frac{1 \cdot 10^{-3}}{2 \cdot 10^{-2}} \right)) = X^{stat} * 1.60$$

Les valeurs des différents paramètres pour valider le comportement de la loi matériau utilisateur sont regroupées ci-dessous dans le tableau de la Figure 218 :

Paramètre	Unité	Valeur	Paramètre	Unité	Valeur
$E_1^{stat}$	MPa	100 000	$D_{Y_1}^c$	-	0.00
$E_2^{stat}$	MPa	1 000	$Y_1^{c stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.50
$E_3^{stat}$	MPa	1 000	$D_{Y_1}^r$	-	0.00
$\nu_{12}$	-	0.3	$Y_1^{r stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	1.00
$G_{12}^{stat}$	MPa	2 500	$D_{Y_2}^0$	-	0.00
$D_1$	-	0.20	$Y_2^{0 stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.05
$D_2$	-	0.20	$D_{Y_2}^c$	-	0.00
$D_3$	-	0.20	$Y_2^{c stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.05
$D_{12}$	-	0.20	$D_{Y_1}^r$	-	0.00
$D_{SY12}$	-	0.20	$Y_2^{r stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	1.00
$\dot{\epsilon}_{ref}$	ms <sup>-1</sup>	$10^{-3}$	$D_{Y_{12}}^0$	-	0.00
$\sigma_{y12}^{stat}$	MPa	10	$Y_{12}^{0 stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.50
$Q_{12}$	MPa	200	$D_{Y_{12}}^c$	-	0.00
$\beta_{12}$	-	0.50	$Y_{12}^{c stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.693
$D_{Y_1}^0$	-	0.00	$D_{Y_{12}}^r$	-	0.00
$Y_1^{0 stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.50	$Y_{12}^{r stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	0.70

Figure 218 Paramètres matériau de la VUMAT pour la validation sur le modèle élémentaire

### VII.3.1.1. Composite à 0°

La Figure 219a illustre le comportement de la contrainte  $\sigma_{11}$  en fonction de la déformation  $\epsilon_{11}$  pour un composite composé de deux plis orientés à 0° lors d'une sollicitation de traction pure générant une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ . Nous remarquons que le module d'élasticité  $E_1$  de 100 000 MPa indiqué correspond effectivement à la valeur observée en analysant la pente dans la partie élastique de la courbe. De plus, les paramètres liés à l'initiation de l'endommagement et à la rupture de l'élément concordent également avec les valeurs de  $Y_1^0$  et  $Y_1^r$  respectivement indiquées à  $0.5 \text{ mJ/mm}^3$  et  $1 \text{ mJ/mm}^3$ , observations basées sur l'analyse de Figure 219b qui montre l'évolution du taux de restitution d'énergie  $Y_{11}$  en fonction de la déformation longitudinale  $\epsilon_{11}$  avec le paramètre  $Y_1^c$  fixé à 0.5. La Figure 219a présente également l'évolution de la contrainte en

fonction de la déformation pour deux valeurs de  $Y_1^c$ , 0.5 dans le premier calcul et 0.9 dans le second, permettant ainsi de mieux appréhender l'influence de ce paramètre sur la loi de comportement du matériau.

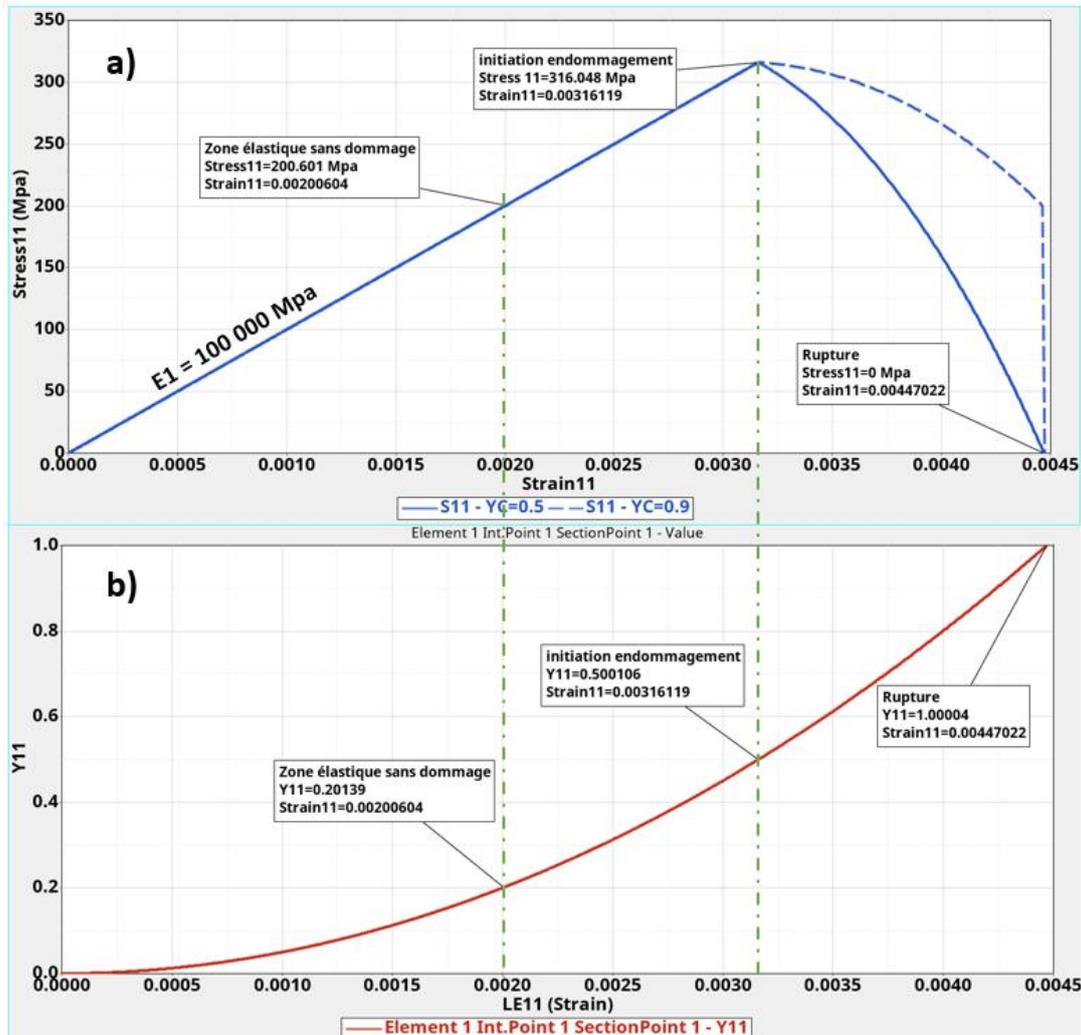


Figure 219 Réponses numériques sur modèle élémentaire de la VUMAT pour un composite  $[0^\circ]_2$  à  $10^{-3}\text{ ms}^{-1}$  en fonction de la déformation, (a) contrainte longitudinale et (b) taux de restitution d'énergie  $Y_1$

La Figure 220 illustre la variation de la variable d'endommagement  $d_l$  en fonction du taux de restitution d'énergie  $Y_l$  pour deux valeurs différentes du paramètre  $Y_1^c$ , paramètre qui influence la forme de l'évolution de l'endommagement. Une valeur de 0.5 produit une évolution linéaire de l'endommagement en fonction de  $Y_l$ , tandis qu'une valeur de 0.9, utilisée dans une seconde simulation dont la courbe est représentée en pointillés, entraîne une progression plus lente du dommage au début de la simulation jusqu'à environ 0.99, suivie d'une augmentation rapide de  $d_l$  jusqu'à la rupture. En utilisant une valeur inférieure à 0.5 pour le paramètre  $Y_1^c$  dans cet exemple, le dommage augmente plus rapidement jusqu'à atteindre une sorte de saturation vers 0.99, puis une évolution plus lente jusqu'à la rupture pour une valeur de 1.0.

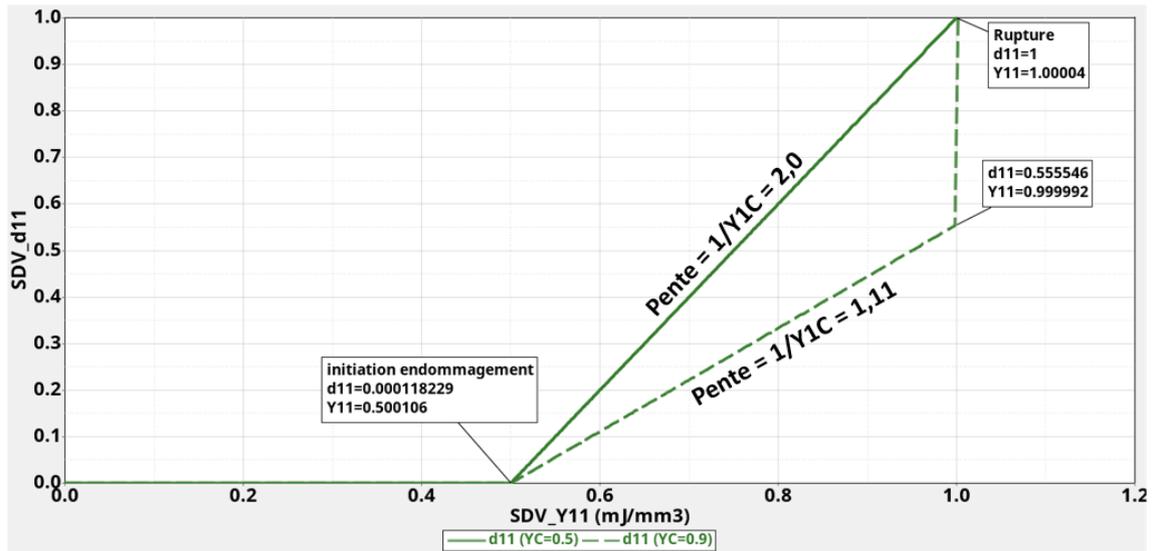


Figure 220 Evolution de la variable d'endommagement  $d_1$  en fonction du taux de restitution d'énergie  $Y_1$ , effet de la variable  $Y_1^C$

La Figure 221 présente les courbes de comportement du composite pour deux vitesses de sollicitation différentes, à  $1 \cdot 10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  et  $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ . Nous observons une augmentation du module d'élasticité avec un facteur d'augmentation de 1.6, ce qui fait passer le module d'élasticité mesuré à 100 000 MPa à 160 000 MPa avec la prise en compte de l'effet de la vitesse de déformation. Bien que la sensibilité à la vitesse de déformation ne soit pas activée pour les paramètres d'endommagement, nous observons une diminution de la déformation à la rupture et une augmentation de la contrainte maximale. Les critères d'endommagement et de rupture, qui dépendent principalement du module d'élasticité du composite, restent inchangés entre les deux simulations. Cependant, ce module d'élasticité augmente avec la vitesse de déformation. Ainsi, l'initiation et la rupture se produisent plus rapidement lors du calcul à une vitesse de déformation plus élevée, ce qui explique la diminution de la déformation à la rupture.

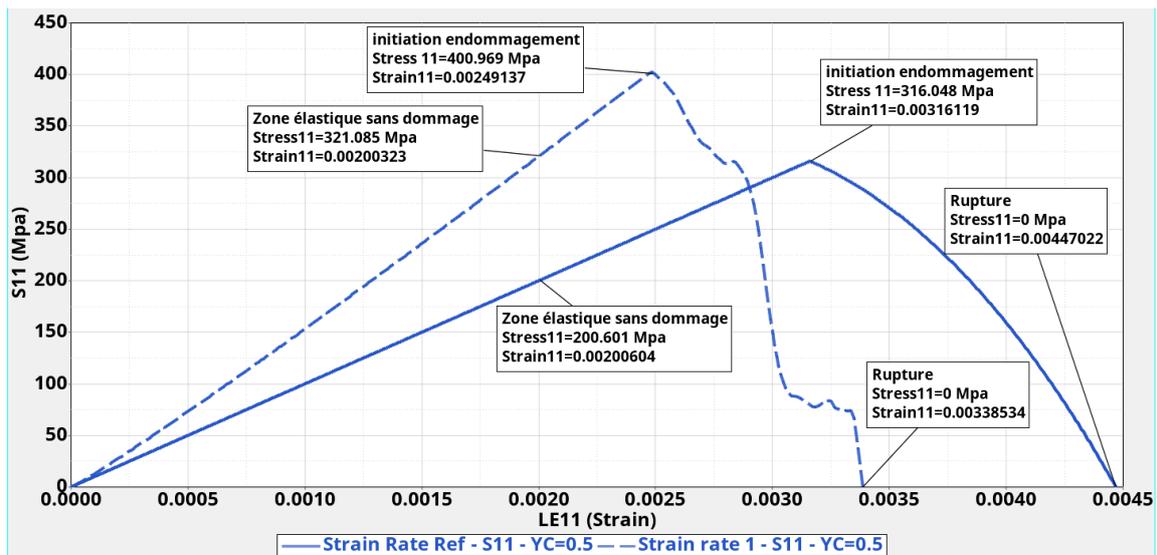


Figure 221 Courbes contraintes déformation sur modèle élémentaire avec la VUMAT pour un composite  $[0]_2$  à  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  et  $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ , effet de la vitesse de déformation

### VII.3.1.2. Composite à $\pm 45^\circ$

Pour les composites composés de plis orientés à  $\pm 45^\circ$ , le modèle élémentaire est configuré avec un pli à  $45^\circ$  et un second à  $-45^\circ$  afin d'assurer un stratifié équilibré lors du chargement en traction pure, avec initialement une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ . La Figure 222a illustre l'évolution de la contrainte de cisaillement  $\sigma_{12}$  en fonction de la déformation  $\epsilon_{12}$  à la vitesse de déformation de référence avec un paramètre  $Y_{12}^c$  de 0.69, permettant ainsi de confirmer la bonne implémentation du module de la partie élastique avec une valeur de 2500 MPa, une limite d'élasticité de 10 MPa. L'initiation de l'endommagement est également conforme avec une valeur de  $0.5 \text{ mJ/mm}^3$  jusqu'à la rupture théorique à  $0.70 \text{ mJ/mm}^3$ . La Figure 222b présente quant à elle l'évolution de la variable d'endommagement  $Y_{12}$  en fonction de  $\epsilon_{12}$ .

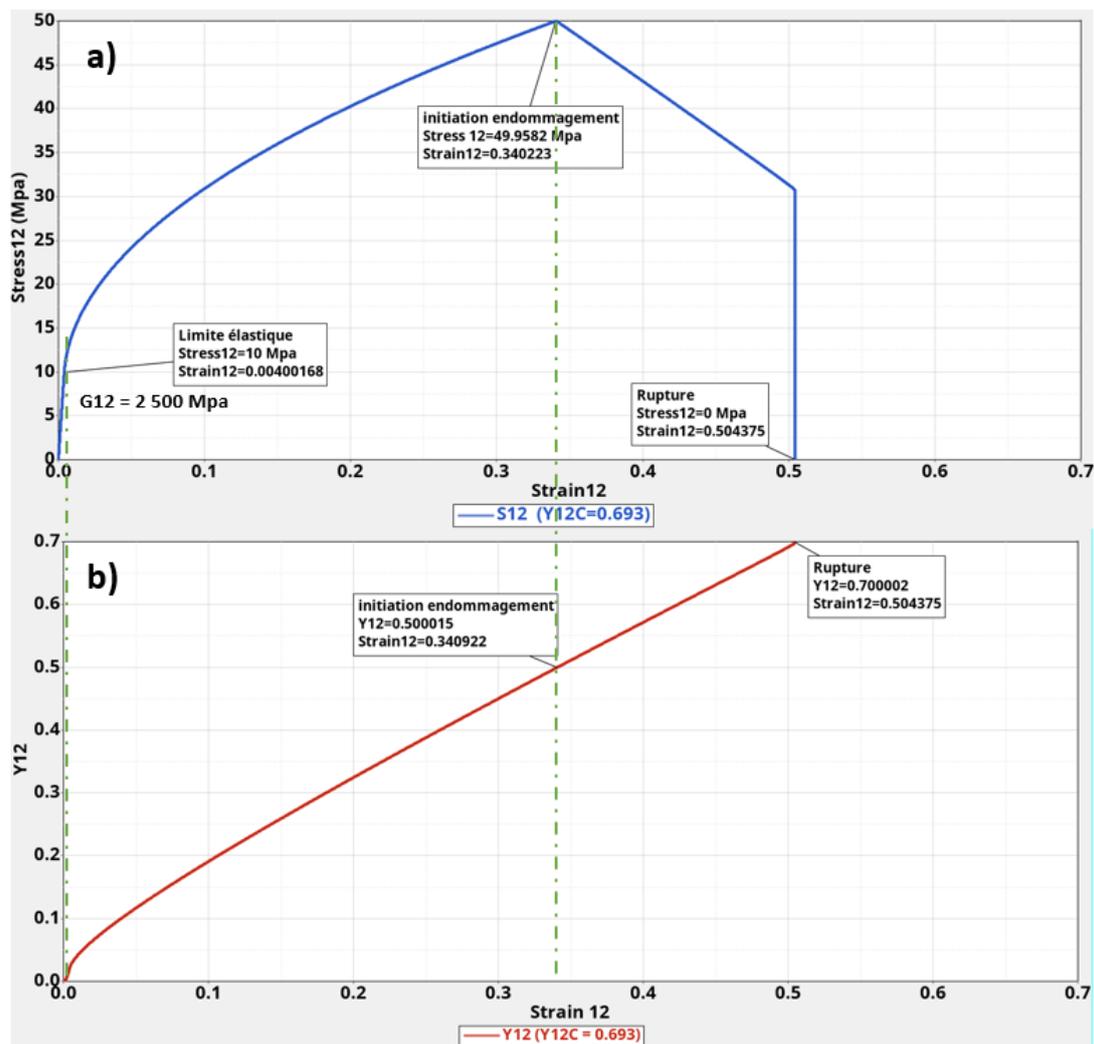


Figure 222 Réponses numériques sur modèle élémentaire de la VUMAT pour un composite  $[\pm 45^\circ]$  à  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  en fonction de la déformation, (a) contrainte de cisaillement et (b) taux de restitution d'énergie  $Y_{12}$

La Figure 223 illustre l'évolution de la variable d'endommagement  $d_{12}$  en fonction du taux de restitution d'énergie  $Y_{12}$ , mettant en évidence une évolution de type logarithmique, contrairement aux évolutions linéaires implémentées pour les variables d'endommagement dans le sens de la fibre ou de la matrice. On observe que l'initiation de l'endommagement se produit pour une valeur de  $Y_{12}$  de  $0.5 \text{ mJ/mm}^3$  et progresse de manière logarithmique jusqu'à ce que  $Y_{12}$  atteigne la valeur de

0.70 mJ/mm<sup>3</sup>, la variable d'endommagement croit ensuite de façon rapide entre 0.7 et 1.0 jusqu'à la rupture du pli.

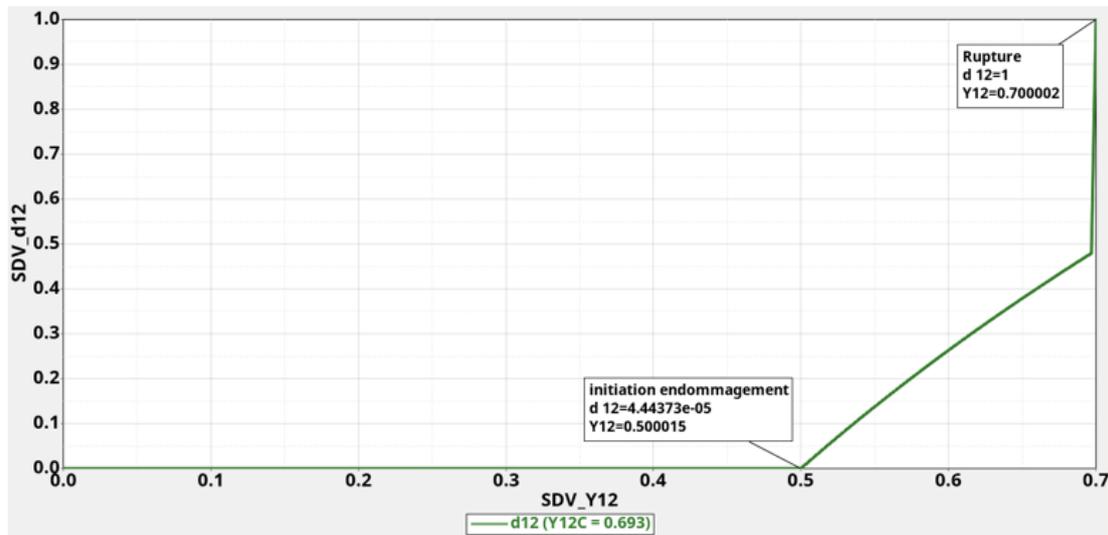


Figure 223 Evolution de la variable d'endommagement  $d_{12}$  en fonction du taux de restitution d'énergie  $Y_{12}$

Comme le montre la Figure 224, les simulations numériques utilisant la loi utilisateur parviennent à reproduire le comportement élastoviscoplastique pour les deux valeurs de vitesse de déformation de  $1 \cdot 10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  et  $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ . Le facteur de 1.6 est correctement appliqué à la fois sur le module de cisaillement et sur la limite d'élasticité. Ainsi, le module d'élasticité, initialement de 2500 MPa, est mesuré à 4045 MPa, tandis que la limite d'élasticité évolue de 10 MPa à 16 MPa sous l'effet de la vitesse de déformation. De plus, des oscillations plus prononcées sont observées lorsque la vitesse de déformation augmente, car le strain rate n'est pas constant et varie sensiblement entre chaque incrémentation de la simulation numérique.

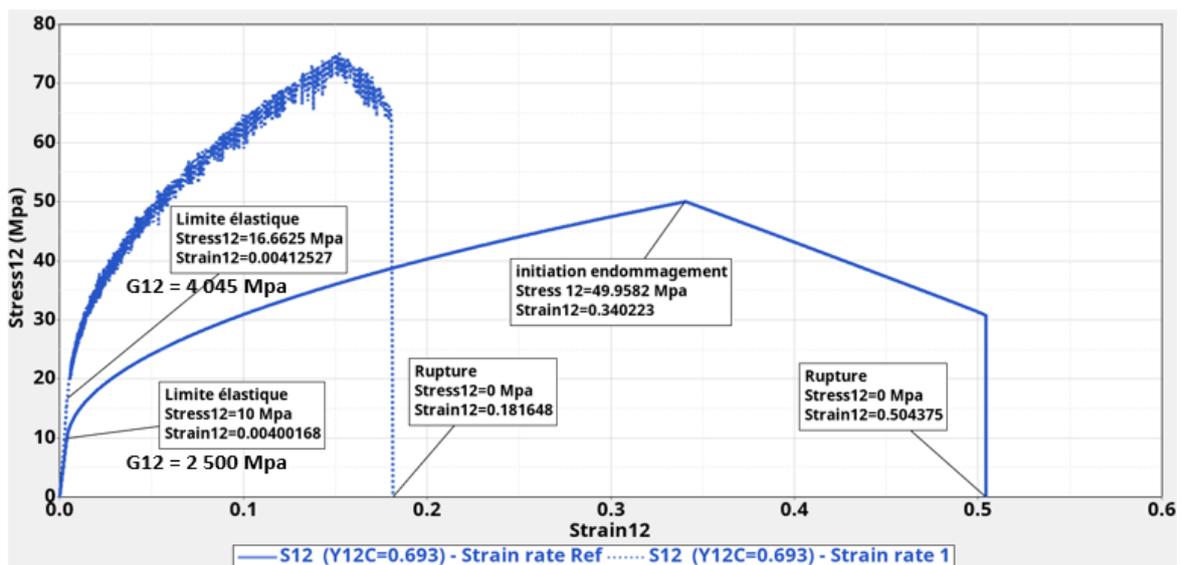


Figure 224 Courbes contraintes déformation sur modèle élémentaire avec la VUMAT pour un composite  $[\pm 45^\circ]$  à  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  et  $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ , effet de la vitesse de déformation

### VII.3.1.3. Composite à 90°

Pour confirmer les propriétés transverses dans le plan de l'élément, un modèle constitué de deux plis orientés à 90° est soumis à une traction pure avec un strain rate de référence de  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ . Le module d'élasticité  $E_2$ , observé sur la courbe représentée en Figure 225a, qui montre l'évolution de la contrainte  $\sigma_{22}$  en fonction de la déformation  $\varepsilon_{22}$ , confirme effectivement que la valeur renseignée dans la loi est de 1000 MPa. L'endommagement débute comme prévu pour une valeur de  $0.05 \text{ mJ/mm}^3$  jusqu'à la rupture, survenant lorsque la variable d'endommagement atteint  $0.1 \text{ mJ/mm}^3$ . Deux simulations ont été menées avec deux valeurs différentes du paramètre  $Y_2^c$ , permettant de faire évoluer l'endommagement jusqu'à la rupture, avec des valeurs de 0.05 et 0.5. La Figure 225b présente l'évolution de la variable d'endommagement  $Y_{22}$  en fonction de  $\varepsilon_{22}$  pour un paramètre  $Y_2^c$  de 0.05, mettant en évidence le léger changement de pente après l'initiation de cet endommagement.

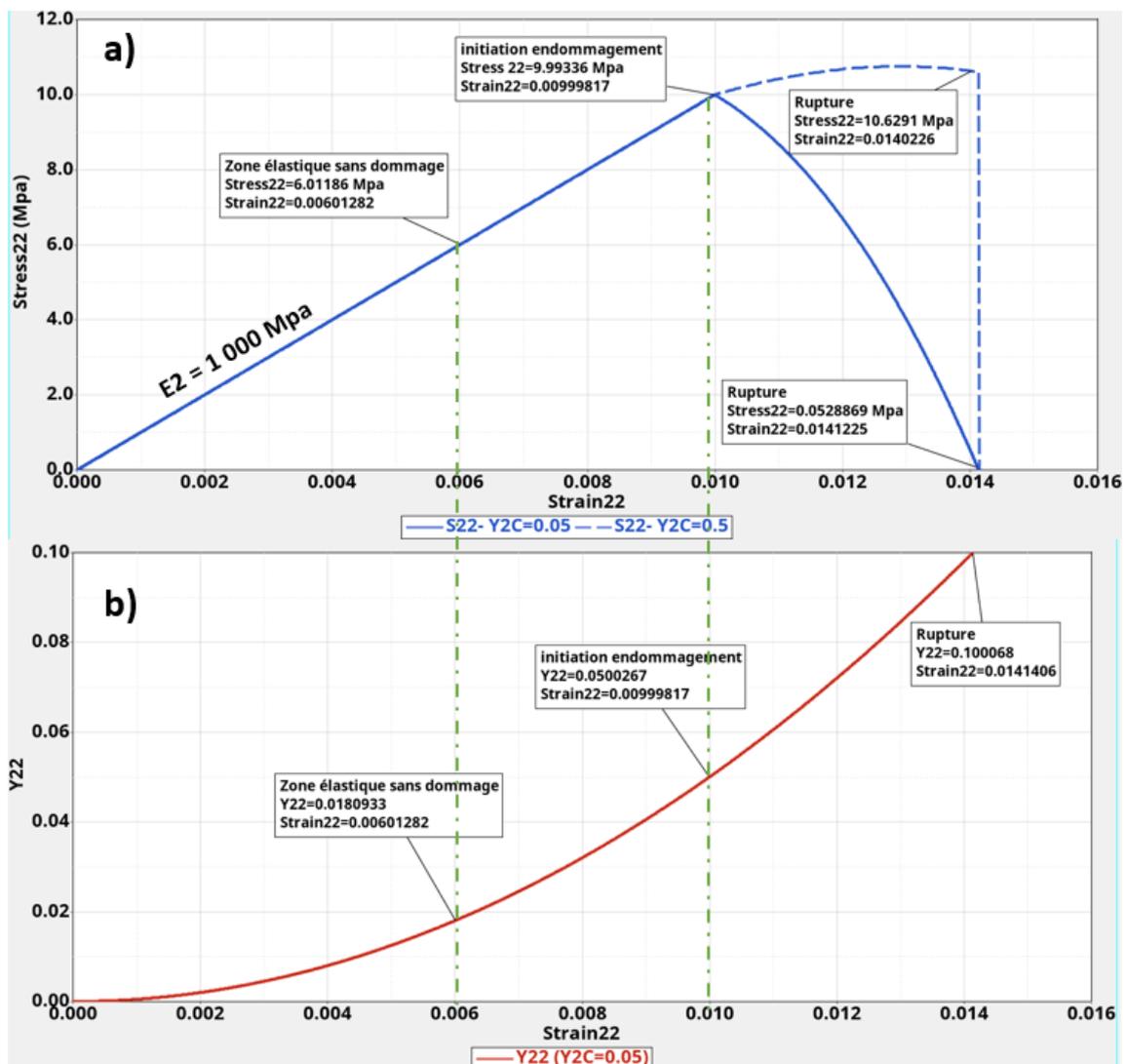


Figure 225 Réponses numériques sur modèle élémentaire de la VUMAT pour un composite  $[90^\circ]_2$  à  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  en fonction de la déformation, (a) contrainte transversale et (b) taux de restitution d'énergie  $Y_2$

La Figure 226 présente l'évolution de la variable d'endommagement  $d_2$  en fonction du taux de restitution d'énergie  $Y_2$ , avec une valeur de 0,05 pour le paramètre  $Y_2^c$ . Cette valeur de 0,05 attribuée

à  $Y_2^c$  produit une évolution linéaire de l'endommagement en fonction de  $Y_2$ , avec une pente de 20, qui correspond bien à  $1/Y_2^c$  comme implémenté dans la Subroutine Fortran. L'initiation de l'endommagement  $d_2$  se produit lorsque  $Y_2$  atteint la valeur de 0,05 mJ/mm<sup>3</sup>, pour atteindre la rupture lorsque  $Y_2$  atteint 0,10 mJ/mm<sup>3</sup>, comme stipulé dans le fichier d'entrée Abaqus correspondant au matériau test pour la validation de ce modèle élémentaire.

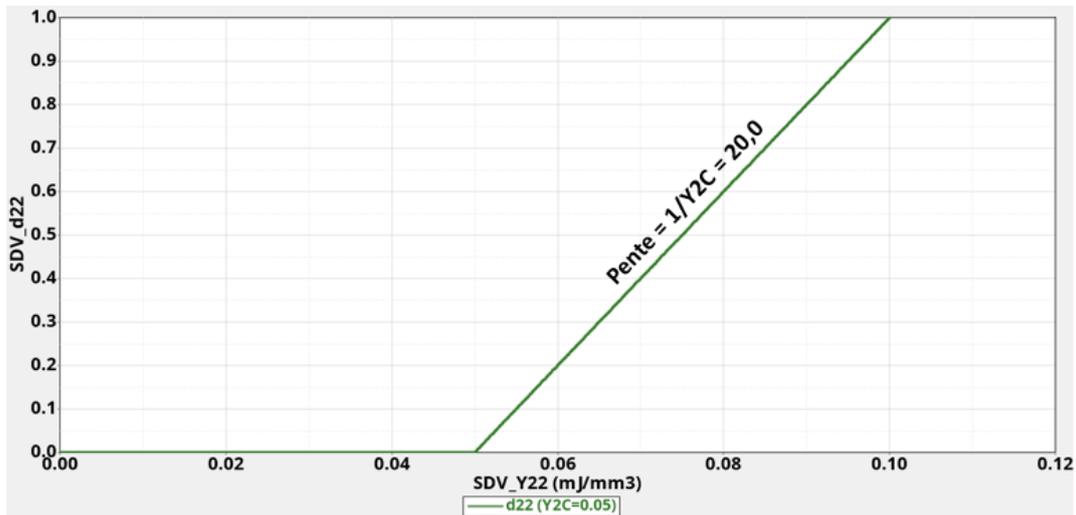


Figure 226 Evolution de la variable d'endommagement d22 en fonction du taux de restitution d'énergie  $Y_2$

La Figure 227 illustre les courbes de comportement d'un composite comprenant deux plis orientés à 90° pour deux vitesses de sollicitation différentes, avec un paramètre  $Y_2^c$  de 0.05. On observe nettement une augmentation du module d'élasticité conforme au facteur d'augmentation de 1.6 attendu, ce qui porte le module d'élasticité mesuré de 1 000 MPa à 1 600 MPa, en tenant compte de l'effet de la vitesse de déformation, validant ainsi la bonne prise en compte des paramètres de la VUMAT. De plus, des oscillations apparaissent également lorsque la vitesse de déformation augmente, un phénomène qui devrait être examiné plus en détail lors du passage à des échelles plus importantes sur des modèles plus conséquents.

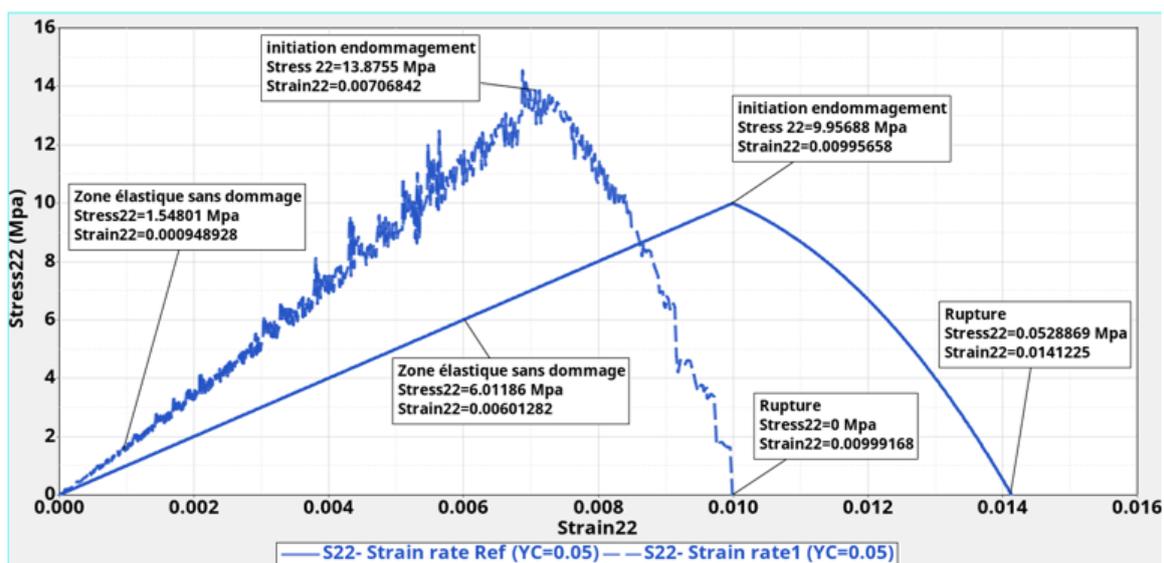


Figure 227 Courbes contraintes déformation sur modèle élémentaire avec la VUMAT pour un composite  $[90^\circ]_2$  à  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  et  $2 \cdot 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$ , effet de la vitesse de déformation

### VII.3.2. Identification et validation sur les modèles des tours de chute

La seconde phase d'identification et de validation de la loi utilisateur implique l'utilisation des essais dynamiques réalisés pour caractériser les composites basalte/PA11. Ces essais ont été menés sur le DTD pour les composites comportant 8 plis à 0° et à 90°, tandis que les composites avec 8 plis à 45° ont été testés sur le dispositif double cadre. L'objectif est d'intégrer les propriétés statiques, quasi statiques et dynamiques obtenues lors des expérimentations pour alimenter la VUMAT. La carte correspondant à la loi utilisée dans ces simulations inclut les propriétés statiques ainsi que les paramètres nécessaires pour prendre en compte les effets des vitesses de déformation, afin de reproduire les propriétés observées en dynamique. Les valeurs identifiées et utilisées sont données en Figure 228. La vitesse de déformation de référence utilisée dans ces simulations numériques est de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , afin de correspondre aux vitesses de déformation réelles mesurées lors des essais de caractérisation statiques

Paramètre	Unité	Valeur	Paramètre	Unité	Valeur
$E_1^{stat}$	MPa	28 124	$D_{Y_1}^c$	-	0.00
$E_2^{stat}$	MPa	4 626	$Y_1^c \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	2.20
$E_3^{stat}$	MPa	4 626	$D_{Y_1}^r$	-	0.00
$\nu_{12}$	-	0.31	$Y_1^r \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	11.00
$G_{12}^{stat}$	MPa	2 190	$D_{Y_2}^0$	-	0.00
$D_1$	-	0.017	$Y_2^0 \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	3.80
$D_2$	-	0.014	$D_{Y_2}^c$	-	0.00
$D_3$	-	0.014	$Y_2^c \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	2.00
$D_{12}$	-	0.008	$D_{Y_1}^r$	-	0.00
$D_{SY12}$	-	0.106	$Y_2^r \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	5.80
$\dot{\epsilon}_{ref}$	ms <sup>-1</sup>	$10^{-7}$	$D_{Y_{12}}^0$	-	0.00
$\sigma_{y12}^{stat}$	MPa	7.08	$Y_{12}^0 \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	10.00
$Q_{12}$	MPa	84.6	$D_{Y_{12}}^c$	-	0.00
$\beta_{12}$	-	0.447	$Y_{12}^c \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	2.00
$D_{Y_1}^0$	-	0.00	$D_{Y_{12}}^r$	-	0.00
$Y_1^0 \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	8.80	$Y_{12}^r \text{ stat}$	mJ/mm <sup>3</sup>	12.00

Figure 228 Paramètres matériau de la VUMAT du composite Basalte/PA11 pour la validation sur les modèles des tours de chute

#### VII.3.2.1. Composite à 0°

Les essais utilisés pour la première phase de la seconde étape de validation sont ceux effectués sur les composites Basalte/PA11 avec 8 plis orientés à 0°. Ces résultats expérimentaux sont ceux présentés dans le paragraphe VIII.3.1.3. Le champ de la variable  $Y_i$ , juste avant le début de l'initiation de l'endommagement lors de la simulation numérique, est illustré sur la Figure 229. Des glissements d'éprouvettes ont été observés lors des essais, ce qui complique la reproduction précise des événements temporels associés aux phases d'endommagement et de rupture de l'éprouvette. La première partie des essais, avant l'apparition de ces glissements, reste exploitable, ce qui permet principalement de vérifier l'adéquation du module d'élasticité avec la sensibilité à la vitesse de déformation. Ainsi, les paramètres relatifs à l'initiation de l'endommagement et à la rupture ont été ajustés pour provoquer une rupture à 1 ms après le début du glissement de l'éprouvette. Bien que cette condition ne reflète pas exactement ce qui s'est produit lors de l'essai, elle permet de vérifier

la stabilité numérique du modèle et de s'assurer que l'initiation, l'évolution et la rupture se déroulent comme prévu.

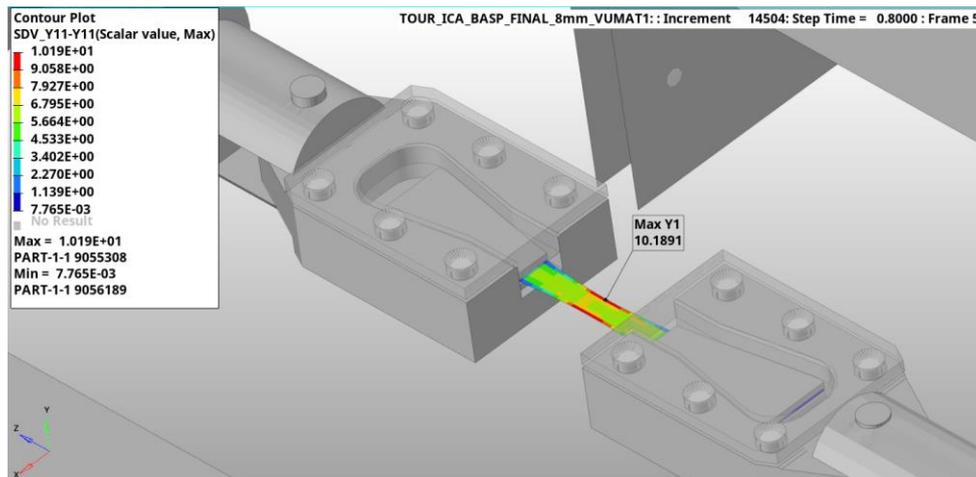


Figure 229 Simulation numérique avec VUMAT des essais dynamiques rapides sur composites Basalte/PA11  $[0^\circ]_8$  avec le DTD, visualisation du taux de restitution d'énergie Y1 à  $t=0.8$  ms

En se concentrant sur la première partie des courbes, les signaux temporels provenant de la cellule d'effort et des extensomètres montrent une similitude entre les valeurs expérimentales et celles résultant des simulations numériques utilisant la loi matériau VUMAT, comme le démontrent la Figure 230a et la Figure 230b.

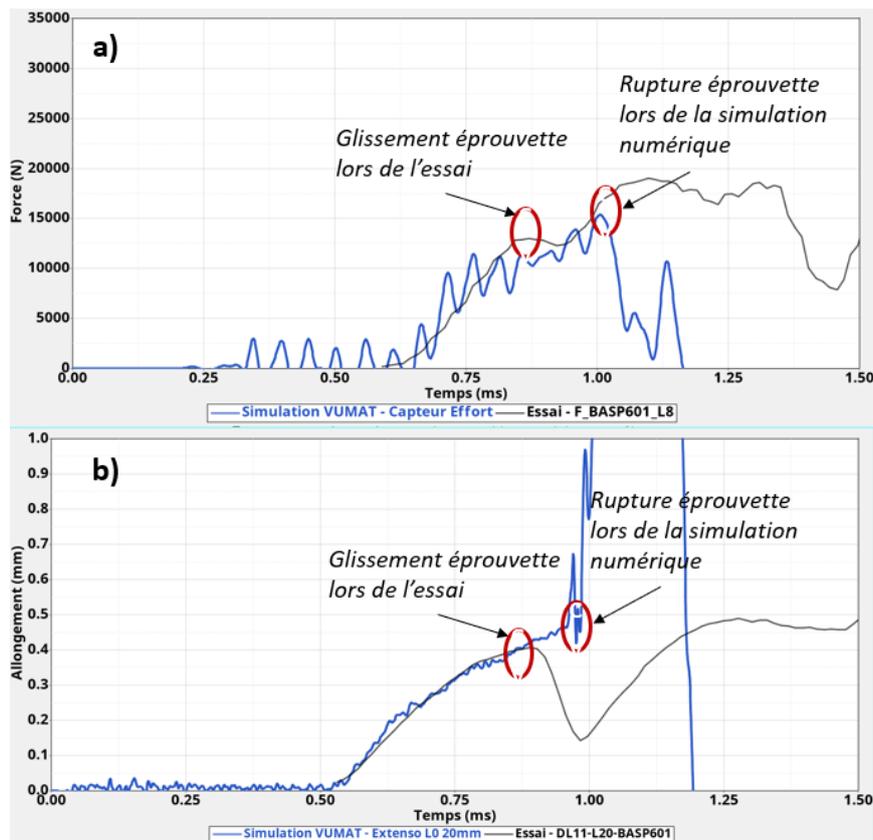


Figure 230 Comparisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT pour les essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11  $[0^\circ]_8$  sur le DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=20$ mm)

### VII.3.2.2. Composite à 90°

La loi a également été testée sur les simulations numériques correspondant aux essais menés sur le DTD pour identifier les paramètres matériau du composite Basalte/PA11, composé de 8 plis à 90°. Le champ de la variable d'endommagement Y2 résultant de cette simulation est illustré sur la Figure 238 à  $t = 0.8$  ms juste avant le début de l'initiation de l'endommagement, prévue pour une valeur de 3.80 MPa.

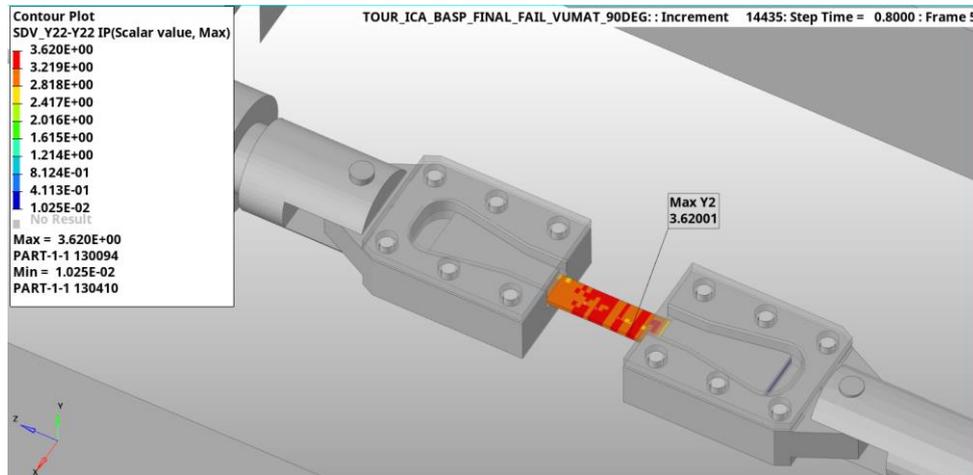


Figure 231 Simulation numérique avec VUMAT des essais dynamiques rapides sur composites Basalte/PA11 [90°]<sub>8</sub> avec le DTD, visualisation du taux de restitution d'énergie  $Y_2$  à  $t=0.8$  ms

La comparaison entre les résultats de simulation et les courbes expérimentales est présentée sur la Figure 232a et la Figure 232b.

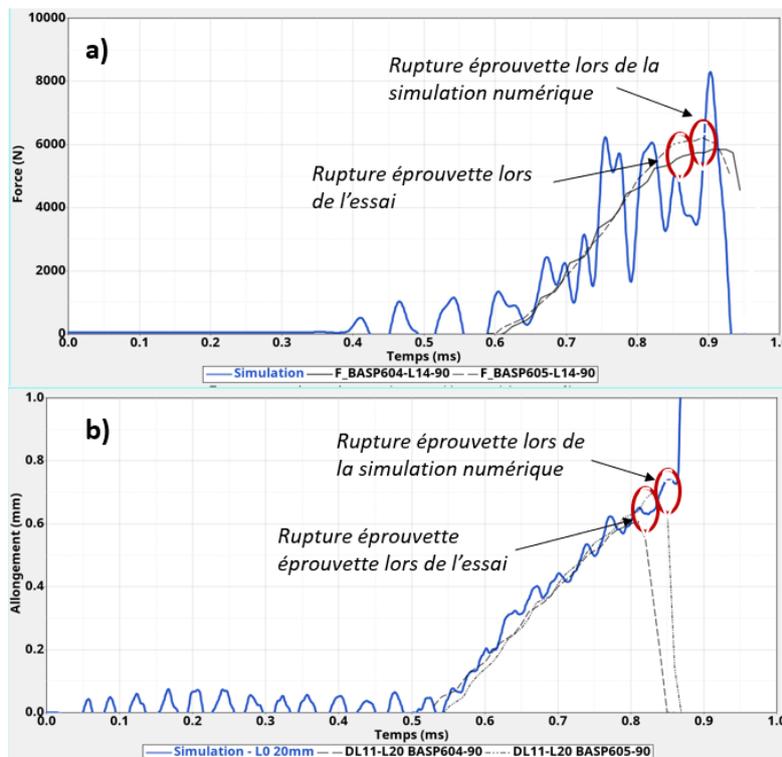


Figure 232 Comparisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT pour les essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 [90°]<sub>8</sub> sur le DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=20$ mm)

On observe une corrélation satisfaisante sur les signaux temporels de la cellule de force et de l'extensomètre, bien que des oscillations assez prononcées soient visibles sur la courbe de simulation du capteur de force. Ces oscillations étaient déjà présentes lors de l'identification des paramètres dynamiques de ce composite dans le paragraphe VIII.3.2, que ce soit avec l'utilisation d'une loi native Abaqus de type orthotrope élastique ou avec la VUMAT et les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation désactivés. Il semble donc que l'activation des paramètres liés à la vitesse de déformation augmente les oscillations. Il est probable que les variations de la vitesse de déformation au fil du temps et d'un élément à l'autre nécessitent un traitement numérique ultérieur pour lisser ces fluctuations et réduire ces oscillations.

### VII.3.2.3. Composite à $\pm 45^\circ$

La dernière étape de validation a impliqué l'utilisation de la loi utilisateur VUMAT sur le modèle de tour de chute double cadre, le modèle utilisé est identique à celui décrit dans le paragraphe VI.3.2.2, à l'exception de la loi matériau qui est désormais la VUMAT. L'essai de référence est celui correspondant à la caractérisation des composites à base de fibre de basalte et du polymère PA11 avec un drapage de type  $[(45/-45)_2]_s$ . Lors de ces essais dynamiques sur ce montage aucun cas de rupture n'a été observé, ce qui rend délicate la paramétrisation des variables d'endommagement dans ces calculs. Il semble donc que lors de ces essais, les phénomènes de pseudo-plasticité soient principalement présents, bien qu'il soit probable qu'une petite partie de l'endommagement soit également présente. Le champ de déformation de la variable utilisateur de plasticité cumulée est représenté sur la Figure 233.



Figure 233 Simulation numérique avec VUMAT des essais dynamiques rapides sur composites Basalte/PA11  $[(45/-45)_2]_s$  avec le montage double cadre, visualisation du champ de déformation plastique cumulée à  $t=3$  ms

Comme illustré sur la Figure 234a et la Figure 234b, les courbes issues des simulations numériques reproduisent fidèlement les courbes expérimentales provenant du capteur d'effort ainsi que des extensomètres. On remarque que la corrélation sur les extensomètres est particulièrement précise jusqu'à environ 1.5 ms avant l'apparition de la striction, ce qui rend plus difficile la reproduction précise du signal expérimental par la suite, car la localisation de la striction n'est probablement pas exactement la même, ce qui peut expliquer ces écarts. Néanmoins, la réponse globale de la simulation numérique semble satisfaisante pour les composites à  $\pm 45^\circ$ .

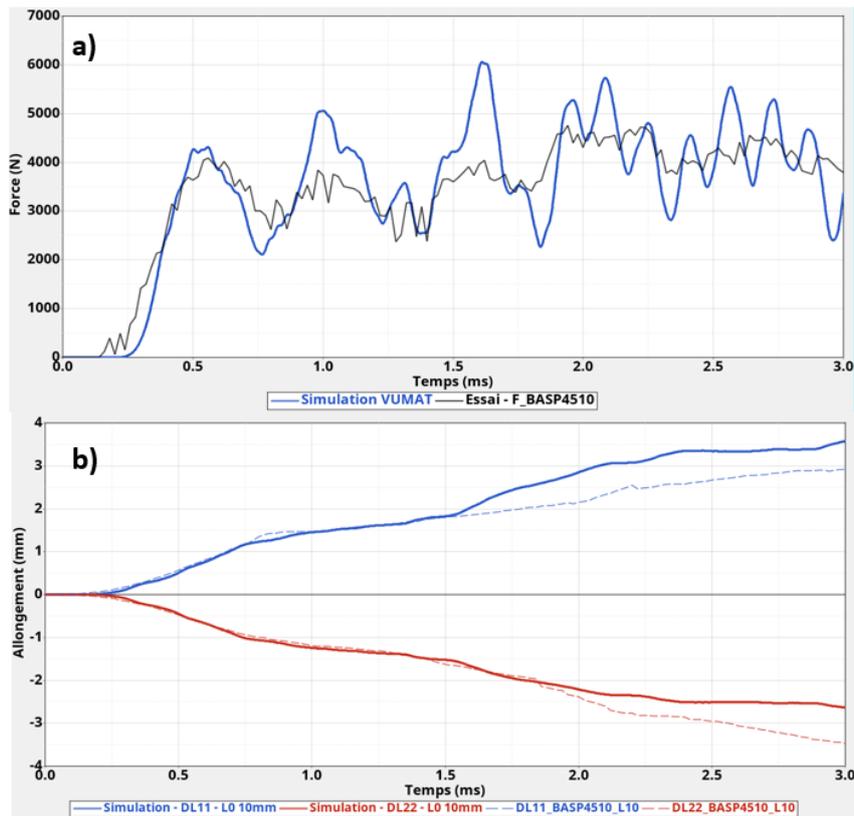


Figure 234 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT pour les essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>S</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=10\text{mm}$ )

## Bilan de la Partie VII

Ce chapitre présente la loi utilisateur développée pour le solveur Abaqus Explicit (VUMAT), intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation tant sur la loi de comportement que sur les paramètres d'endommagement. Après une présentation générale des principales lois existantes utilisées dans les simulations explicites pour représenter le comportement des matériaux soumis à des sollicitations telles que les crashes et impacts, nous avons détaillé la formulation de la loi utilisateur retenue. Cette VUMAT est de type viscoélastique orthotrope dans les directions longitudinales et transversales, tout en étant élastoviscoplastique avec un écrouissage isotrope non linéaire pour le cisaillement intralaminare. Formulée dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles, le choix de cette loi de comportement repose sur les observations expérimentales en statique, quasi-statique, dynamique ainsi que sur les informations recueillies dans les recherches bibliographiques.

Cette loi a été validée à différentes échelles, en commençant par une échelle élémentaire avant d'être appliquée aux modèles de tours de chute correspondants aux essais sur les composites à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ . Les résultats obtenus ont permis de reproduire de façon satisfaisante les observations et données expérimentales, confirmant ainsi la cohérence et la fiabilité des simulations numériques.

## Partie VIII. Campagnes expérimentales dynamiques rapides

Cette section constitue un élément central des travaux, détaillant les configurations des diverses campagnes expérimentales menées sur les deux tours de chute, ainsi que les résultats des essais dynamiques sur les polymères seuls, les fibres seules et les composites avec des drapages à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ .

### VIII.1. Polymères purs

Pour caractériser les polymères purs dans des conditions de dynamique rapide, la méthode d'identification inverse a été utilisée pour l'identification des paramètres matériau lors des essais effectués sur le montage double cadre. Abaqus Explicit dispose de lois matériaux capables de décrire les comportements des polymères dans une gamme allant de la statique à la dynamique sans devoir utiliser ou développer une VUMAT. Pour l'ELIUM, nous avons choisi une loi de type élastique fragile, tandis que pour le PA11, nous avons opté pour une loi ductile élastoplastique. Ces choix sont basés sur les observations expérimentales en statique et quasi-statique, ainsi que sur la recherche bibliographique concernant le comportement de ces polymères en dynamique.

#### VIII.1.1. Résine ELIUM 188 XO

Trois éprouvettes conformes à la norme ISO527-1BA ont été utilisées lors de la campagne expérimentale sur le tour de chute avec le montage double cadre pour la résine ELIUM. Ces éprouvettes sont identiques à celles utilisées lors des essais statiques et quasi-statiques. Pour ces essais, une masse de 2 kg a été utilisée avec une vitesse d'impact de 3 m/s et un capteur de 5 kN. Les vitesses de déformation moyennes mesurées sur les trois échantillons varient entre  $29 \text{ s}^{-1}$  et  $37 \text{ s}^{-1}$ . Une caméra rapide enregistrant à 50 000 images par seconde est utilisée comme illustré sur la Figure 235. La longueur de référence de l'extensomètre virtuel est la même que pour les essais statiques, soit 20 mm.

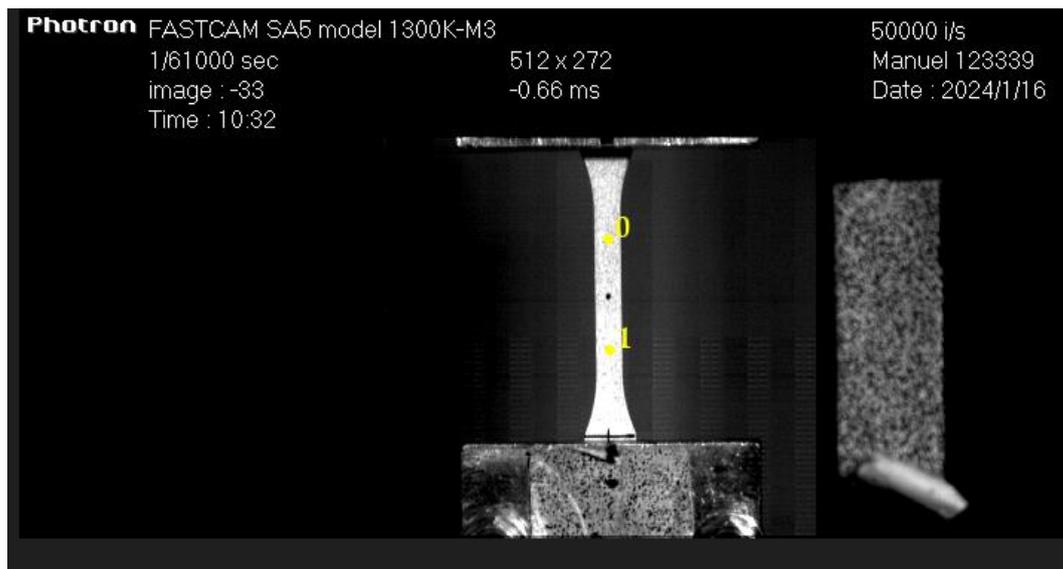


Figure 235 Image pré-essai dynamique rapide : Éprouvette ELIUM sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ )

Pour les simulations numériques la valeur du module d'élasticité utilisée est celle extrapolée des analyses DMA de la résine ELIUM, estimée à 5449 MPa pour un taux de déformation de 100 s<sup>-1</sup>. L'éprouvette ELIUM a été entièrement modélisée avec des éléments C3D8R. Cette valeur s'est révélée fournir une corrélation très satisfaisante avec la courbe expérimentale de la cellule d'effort, où le post-traitement de l'effort dans l'élément correspondant se superpose parfaitement jusqu'à la rupture de l'éprouvette (voir Figure 236a et Figure 236b). L'allongement à la rupture est surestimé de 12% avec le modèle Abaqus Explicit par rapport aux mesures expérimentales, ce qui est satisfaisant (0,253 mm numériquement contre 0,226 mm lors des essais). Cela correspond à une déformation maximale de 1,13%, selon les valeurs expérimentales. Les estimations issues des travaux avec les dispositifs DMA semblent donc fournir des indications très pertinentes pour la résine ELIUM. Les contraintes à la rupture utilisées dans la simulation numérique sont de l'ordre de 71 MPa, avec une loi de type élastique-fragile.

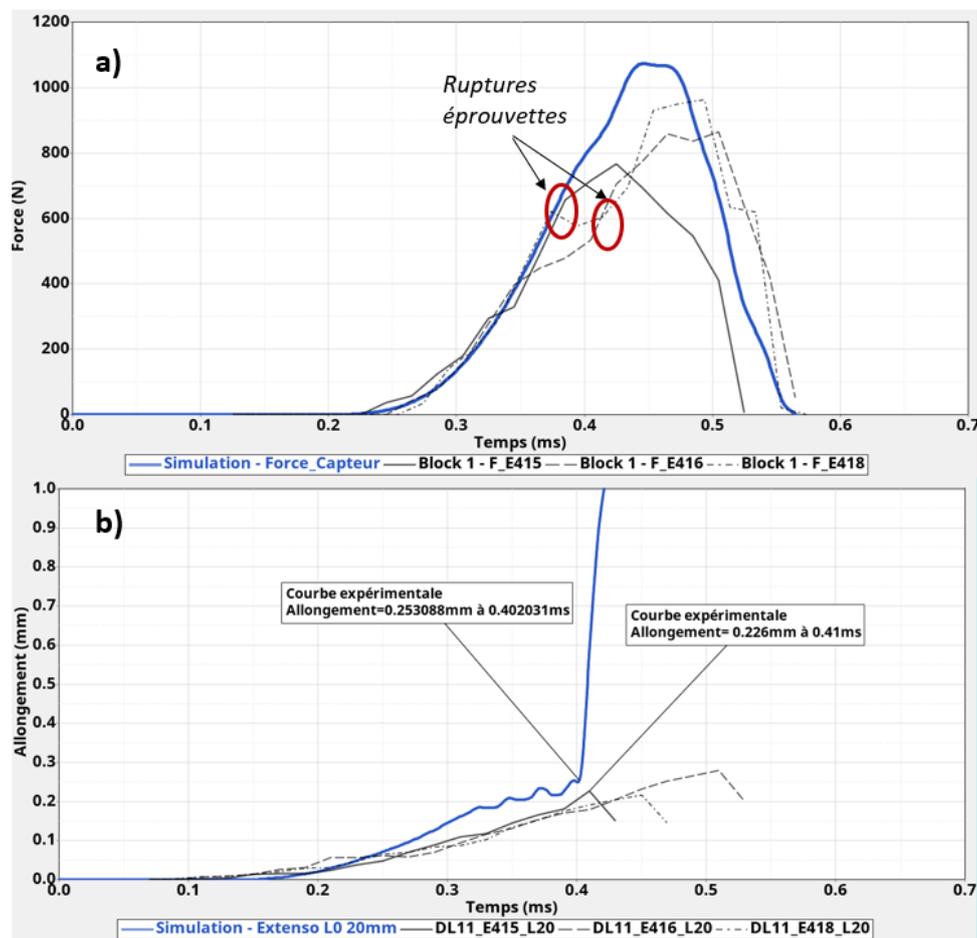


Figure 236 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur résine ELIUM, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Comme précédemment observé, les courbes expérimentales des trois éprouvettes testées en résine ELIUM présentent des similitudes. Les observations visuelles des trois éprouvettes après les essais ont également révélé des modes de rupture assez similaires, avec des ruptures principalement localisées au début de la partie droite de l'éprouvette, juste après le rayon de courbure, comme illustré sur la Figure 237.



Figure 237 Modes de ruptures des éprouvettes d'ELIUM pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $29 \text{ s}^{-1}$  et  $37 \text{ s}^{-1}$

### VIII.1.2. Matrice PA11

Pour caractériser les éprouvettes en polymère PA11, des spécimens conformes à la norme ISO527-1BA sont utilisés, identiques à ceux employés lors des caractérisations à faibles vitesses de déformation. Les configurations d'essais sont similaires à celles utilisées pour l'étude de la résine ELIUM, avec une masse de 2 kg et une vitesse d'impact sur le cadre mobile du montage double cadre d'environ 3 m/s. Les vitesses de déformation moyennes, extraites des signaux expérimentaux des extensomètres, se situent entre  $17 \text{ s}^{-1}$  et  $20 \text{ s}^{-1}$ . L'extensomètre virtuel représenté sur la Figure 238 possède une longueur initiale  $L_0=20\text{mm}$ .

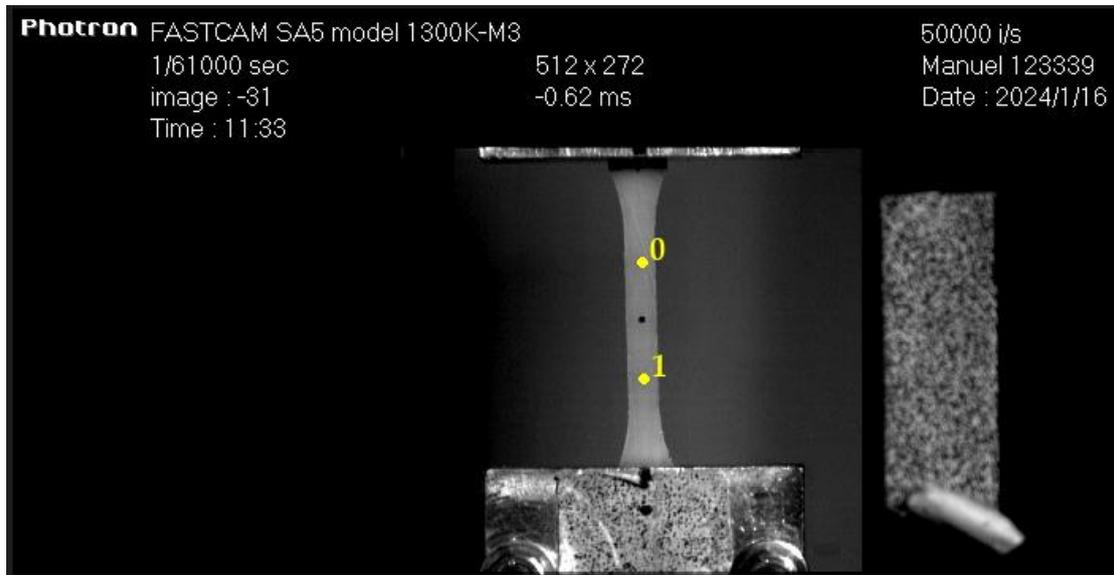


Figure 238 Image pré-essai dynamique rapide : Éprouvette PA11 sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ )

Trois éprouvettes ont été initialement préparées, mais seules deux ont produit des résultats en raison d'un problème de déclenchement des mesures lors du deuxième essai. Néanmoins, les deux éprouvettes ont fourni des résultats très similaires. Seule la première partie des essais a été exploitée, correspondant à la partie élastique du matériau PA11 et au début de la plasticité. En effet, il est toujours délicat de corrélérer les essais expérimentaux lorsque les allongements et les durées de sollicitation sont importants, en raison des amortissements qui entrent en jeu, difficiles à simuler. La partie temporelle des courbes expérimentales exploitées correspond à une durée d'environ 1,5

ms, soit près de trois fois supérieure à la durée des essais sur l'ELIUM, démontrant ainsi les performances d'allongement du PA11. Ici aussi le module d'élasticité utilisé provient directement des analyses DMA de ce matériau, estimé à  $100 \text{ s}^{-1}$  avec une extrapolation des mesures effectuées par DMA à des vitesses de déformation plus faibles. Le module d'élasticité est de  $1745 \text{ MPa}$ , et cette valeur, implémentée dans une loi élastoplastique tabulée sur des éléments C3D8R, a permis d'obtenir une bonne corrélation avec le signal temporel du capteur (Figure 239a). L'allongement de l'extensomètre lors de la simulation explicite est surestimé de 19% par rapport aux observations expérimentales (Figure 239b), mesurant  $1,15 \text{ mm}$  par rapport aux  $0,96 \text{ mm}$  mesurés lors de l'essai physique. La limite d'élasticité et la loi plastique tabulée ont été identifiées par itération successive, la valeur de limite élastique déterminée est de  $50,2 \text{ MPa}$ .

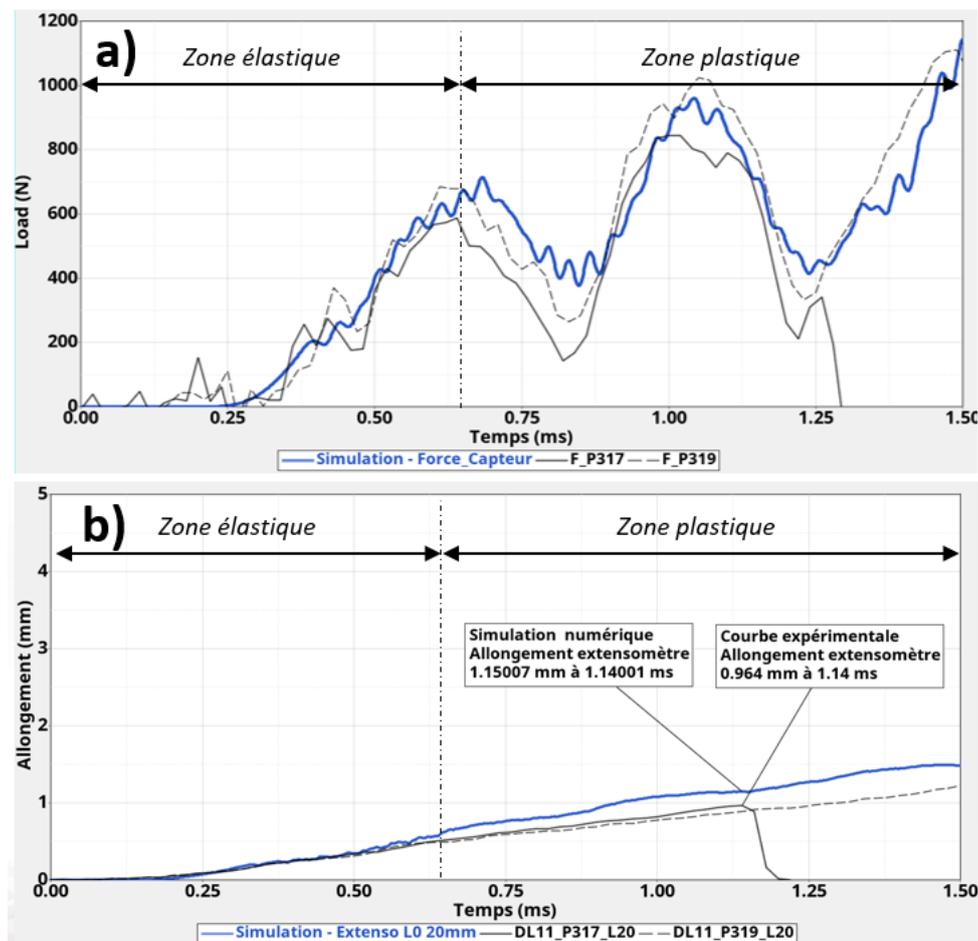


Figure 239 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur matrice PA11, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Comme illustré sur la Figure 240, les deux éprouvettes de PA11 présentent un mode de rupture similaire, avec une zone d'initiation de l'endommagement située en début de la partie droite juste après le rayon de courbure. La localisation des zones de rupture est similaire à celle observée sur la résine ELIUM. Il serait donc judicieux de retravailler le design afin de localiser l'endommagement au centre des éprouvettes en polymère pour des essais de caractérisation en dynamique rapide. Les dimensions et les formes des éprouvettes de la norme ISO527-1BA ne sont donc pas optimisées pour de tels essais, même si elles permettent tout de même d'obtenir des résultats exploitables.

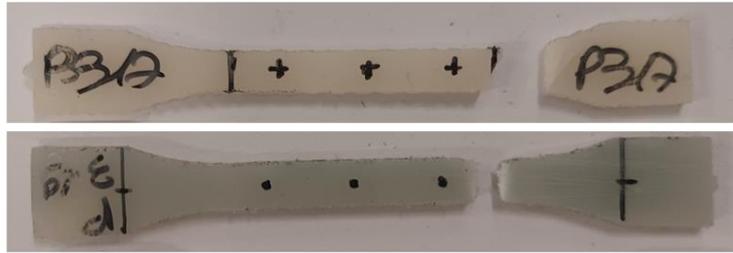


Figure 240 Modes de ruptures des éprouvettes de PA11 pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $17 \text{ s}^{-1}$  et  $20 \text{ s}^{-1}$

### VIII.1.3. Conclusion des essais dynamiques sur les deux polymères

Ce paragraphe vise à récapituler les résultats obtenus concernant les propriétés mécaniques des deux polymères lors des campagnes expérimentales statiques ( $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et quasi-statiques ( $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), en compilant les données caractéristiques relatives à l'évolution du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la déformation à la rupture. Il est essentiel de souligner la cohérence entre les deux modules d'élasticité des polymères observée dans les analyses dynamiques, en comparaison avec les prédictions issues des analyses DMA et les valeurs utilisées dans les simulations numériques lors des itérations basées sur la méthode d'identification inverse. Les résultats concernant l'évolution des propriétés mécaniques de la résine ELIUM de la statique à la dynamique sont présentés dans le tableau de la Figure 241, tandis que ceux concernant la matrice PA11 sont exposés dans le tableau de la Figure 242. Les résultats obtenus ont permis de confirmer que la résine ELIUM a un comportement viscoélastique fragile fortement influencé par la vitesse de déformation, comportement en effet très proche de celui observé sur le PMMA qui est souvent identifié comme assez proche en termes de formulation et de comportement. On retrouve en les tendances observées sur le PMMA par Chen et al [81] où sous chargement dynamique, la résistance maximale à la traction du matériau est nettement accrue par rapport à celle en charge quasi-statique, enregistrant respectivement 70 MPa et 55 MPa. L'augmentation de la contrainte à la rupture de la résine ELIUM est très proche en termes d'évolution et en termes de valeur car la contrainte à la rupture évolue de 45 Mpa en statique, à 49 Mpa en quasi-statique pour atteindre 71 Mpa en dynamique. Le module d'Young de l'ELIUM présente également une évolution très marquée avec une augmentation comprise entre 71 à 87%, croissance également similaire au 73% constaté sur le PMMA par Chen et al [81]. Les déformations diminuent en passant de 2% à 1.13%, là aussi ce comportement est typique d'un polymère de type viscoélastique fragile dont les déformations à la rupture présente une tendance à diminuer lorsque les vitesses de sollicitations augmentent.

<i>ELIUM 188 XO</i>	<i>Statique</i>	<i>Quasi Statique</i>	<i>Coefficient Statique -&gt; Quasi Statique</i>	<i>Dynamique</i>	<i>Coefficient Statique -&gt; Dynamique</i>
<i>E (Mpa)</i>	2920 à 3190	3230	<b>1.01 à 1.11</b>	5449	<b>1.71 à 1.87</b>
$\sigma^{max}$ (Mpa)	45	49	<b>1.09</b>	71	<b>1.58</b>
$\epsilon^{max}$ (%)	2.0	1.7	<b>0.85</b>	1.13	<b>0.57</b>

Figure 241 Evolution des propriétés mécaniques de la résine ELIUM 188 XO de la statique à la dynamique

Les campagnes de caractérisation menées à différentes vitesses de sollicitation ont confirmé les observations rapportées par Boisot et al. [68], mettant en lumière un comportement élastoviscoplastique du polymère PA11. En effet, il est établi que la vitesse de déformation exerce une influence sur les contraintes d'écoulement : plus celle-ci est élevée, plus la valeur de ces contraintes est significative, tandis que la déformation à la rupture tend à diminuer. Par ailleurs, comme relevé par Boisot et al. [68] ainsi que Xu et al. [69], le module d'élasticité ne semble pas varier pour des vitesses de déformation inférieures à  $1 \text{ s}^{-1}$ , alors que la limite d'élasticité augmente légèrement. Toutefois, la complexité inhérente à la fabrication des éprouvettes à partir des films de PA11 a engendré la formation de nombreuses porosités, susceptibles d'expliquer l'apparition de ruptures prématurées, rendant ainsi difficile l'analyse des contraintes et des déformations à la rupture, notamment en dynamique où l'extraction des contraintes maximales s'est avérée problématique. De plus, une grande variabilité a été observée concernant les déformations à la rupture, soulignant ainsi la nécessité de prendre du recul quant à la pertinence de l'évolution des déformations maximales du PA11 en fonction de la vitesse de déformation, en raison des porosités présentes dans les éprouvettes de caractérisation.

<i>PA11</i> ( <i>RISLAN FMNO</i> )	<i>Statique</i>	<i>Quasi</i> <i>Statique</i>	<i>Coefficient</i> <i>Statique -&gt;</i> <i>Quasi</i> <i>Statique</i>	<i>Dynamique</i>	<i>Coefficient</i> <i>Statique -&gt;</i> <i>Dynamique</i>
<i>E (Mpa)</i>	1400	1400	<b>1.00</b>	1745	<b>1.25</b>
$\sigma^y$ ( <i>Mpa</i> )	25	35	<b>1.40</b>	50	<b>2.00</b>
$\sigma^{max}$ ( <i>Mpa</i> )	45 à 48	42 à 49	<b>0.88 à 1.09</b>	-	-
$\varepsilon^{max}$ (%)	25 à 40	5 à 18	<b>0.13 à 0.72</b>	5 à 15	<b>0.13 à 0.60</b>

Figure 242 Evolution des propriétés mécaniques du polymère PA11 de la statique à la dynamique

## VIII.2. Fibres sèches

La démarche pour déterminer les propriétés mécaniques des fibres seules est similaire à celle employée pour les polymères purs, à savoir une méthode d'identification inverse sur un montage double cadre. Dans ce cas également, les lois matériaux utilisées sont de type élastique fragile, sans prise en compte de l'effet de la vitesse de déformation, car l'objectif est de cerner directement les propriétés dynamiques des fibres.

### VIII.2.1. Rubans de Bambou

Les échantillons de bambou utilisés pour les caractérisations dynamiques sont identiques à ceux employés pour les essais statiques et quasi-statiques. Il s'agit de rubans d'une longueur de 85 mm, avec des talons collés aux extrémités, composés de plis de fibres de verre mesurant 25 mm de longueur. Les vitesses de déformation, dérivées des signaux des extensomètres, varient entre  $31 \text{ s}^{-1}$  et  $63 \text{ s}^{-1}$ . Comme illustré sur la Figure 243 les essais sont enregistrés par une caméra rapide fonctionnant à une fréquence d'acquisition de 50 000 images par seconde, avec une résolution de 512x272 pixels. Le capteur d'effort utilisé est la cellule HBM U9C de 5 kN.

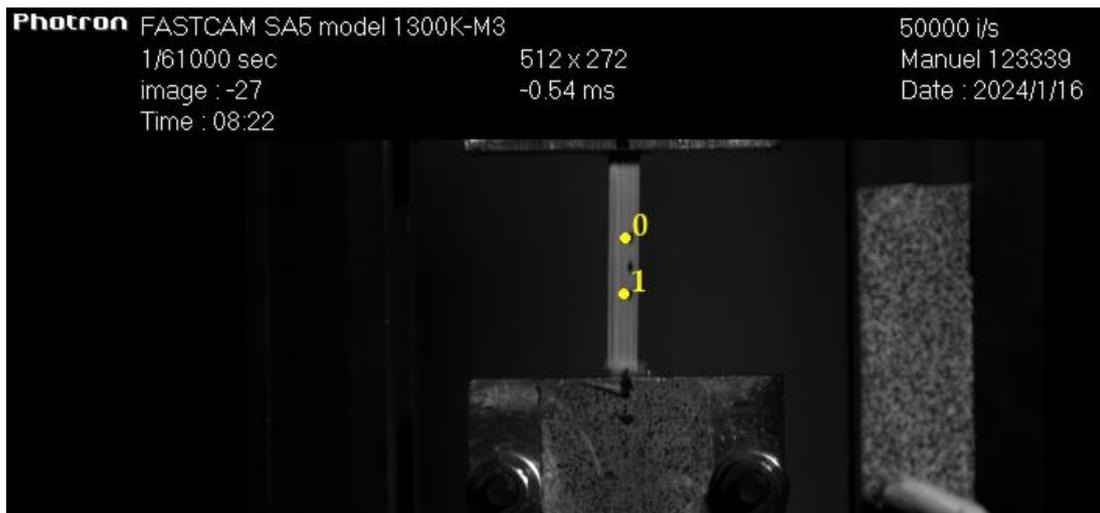


Figure 243 Image pré-essai dynamique rapide : Ruban de bambou sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ )

Comme illustré sur la Figure 244, l'éprouvette est modélisée en éléments hexaédriques à intégration réduite à la fois pour la partie ruban de bambou et pour les talons en fibre de verre constitué de plis à  $\pm 45^\circ$ . Le ruban de bambou possède une largeur de 5 mm et une épaisseur de 0.4 mm.

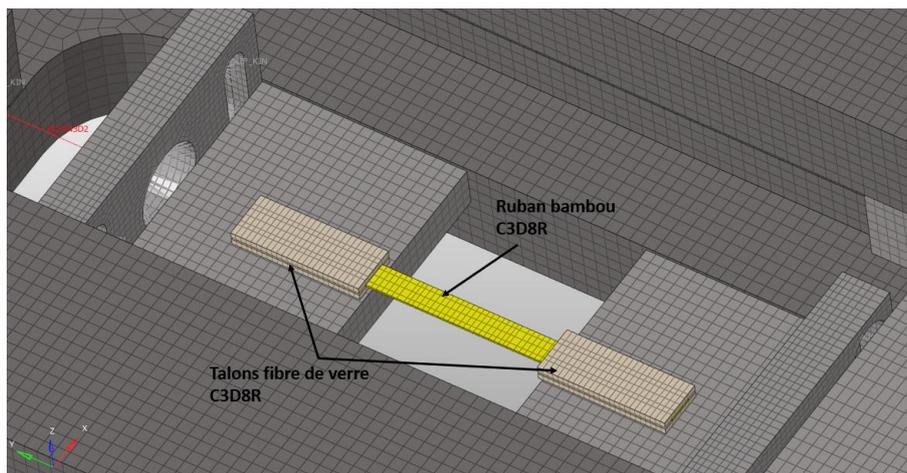


Figure 244 Modélisation de l'éprouvette de ruban de bambou (parties des mors partiellement cachée)

Les tracés expérimentaux des trois échantillons, qui ont produit des résultats très similaires, sont représentés par les courbes en noir de la Figure 245a et de la Figure 245b, les graphiques temporels de la cellule de force sont présentés dans la Figure 245a, tandis que ceux des extensomètres virtuels sont illustrés dans la Figure 245b. Le module d'Young identifié à l'aide du modèle Abaqus Explicit s'élève à 10 000 MPa, une valeur concordante avec celle obtenue lors des caractérisations statiques et en accord avec les résultats des essais statiques menés par Richmond et al [28].

Ainsi, les rubans de bambou ne montrent pas de sensibilité à la vitesse de déformation dans la plage correspondant aux essais. Les simulations numériques permettent également l'identification d'une contrainte maximale de 170 MPa, en cohérence avec les observations en statique et quasi-statique, où ces contraintes à la rupture étaient comprises entre 75 MPa et 300 MPa. En raison de la grande variabilité des propriétés mécaniques des rubans de bambou, il est difficile de discerner des effets de vitesse sur les contraintes maximales. L'allongement à la rupture de l'extensomètre virtuel se

situé entre 0,163 mm et 0,282 mm, correspondant à des déformations maximales respectives de 0,82% et 1,41%. Les simulations, dont les résultats sont représentés par les courbes bleues sur la Figure 245a et Figure 245b, démontrent une corrélation satisfaisante tant au niveau des courbes temporelles du capteur de force que des extensomètres, particulièrement dans la première partie des courbes qui traduit le comportement élastique des éprouvettes.

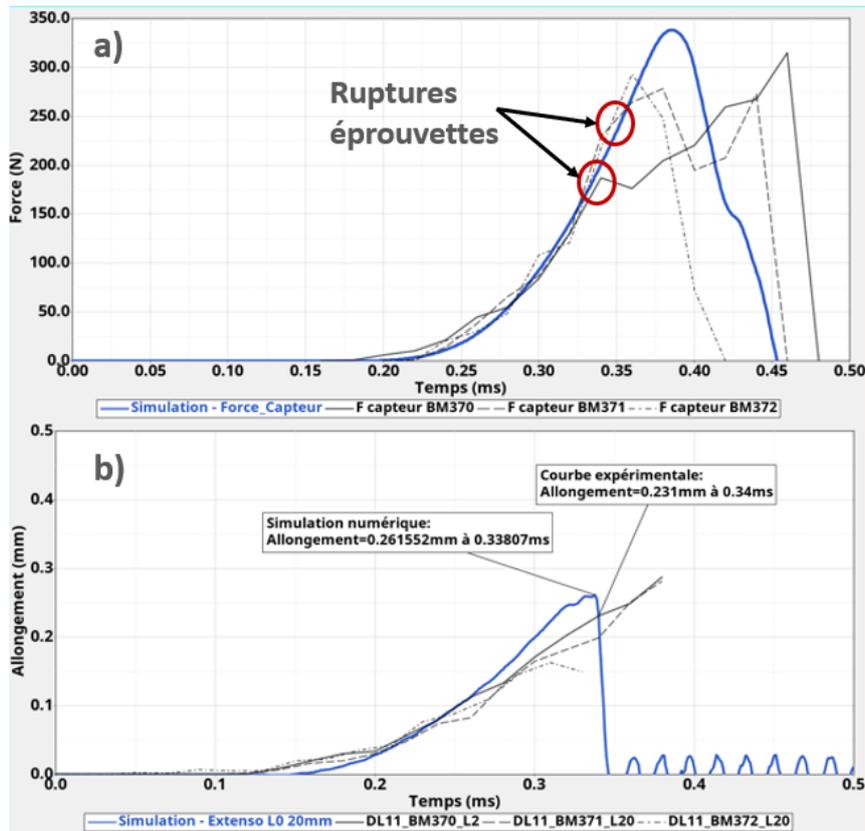


Figure 245 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur rubans de bambou, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Les surfaces de rupture des trois échantillons révèlent également des zones de rupture assez similaires, avec des amorces de rupture observées en bordure des talons, comme illustré sur la Figure 246.

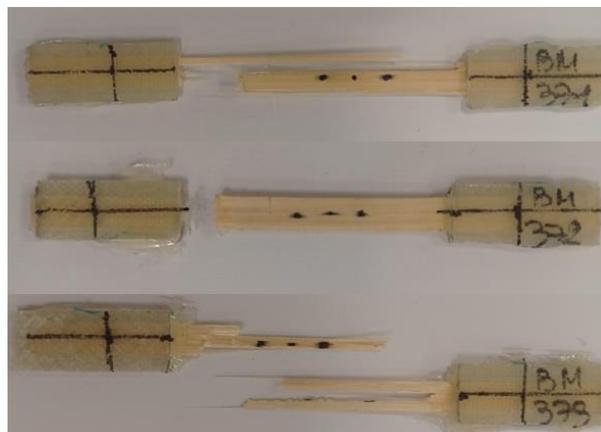


Figure 246 Modes de ruptures des Rubans de bambou pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $31\text{ s}^{-1}$  et  $62\text{ s}^{-1}$

### VIII.2.2. Fibres techniques de Lin

Les éprouvettes utilisées dans le cadre des essais sur le montage double cadre sont identiques à celles employées pour les caractérisations statiques et quasi-statiques mais avec un nombre de torons doublé afin d'être dans la plage de mesure préférentiel du capteur 5 KN. Chacune de ces éprouvettes est donc composée de 10 torons de fibres techniques de lin auxquelles sont fixés des talons mesurant 25 mm de long sur 15 mm de large. Un poids de 2 kg a été utilisé comme masse tombante, induisant une vitesse théorique d'impact d'environ 3 m/s. L'analyse des courbes temporelles de l'extensomètre, initialement positionné sur l'un des torons au centre de l'éprouvette (Figure 247), révèle des vitesses de déformation se situant entre  $39 \text{ s}^{-1}$  et  $61 \text{ s}^{-1}$  lors des essais sur les 4 éprouvettes. Il est important de noter que cette configuration suppose un allongement uniforme et simultané de toutes les fibres techniques, hypothèse justifiée par le positionnement précis des fibres lors de la fabrication des éprouvettes.

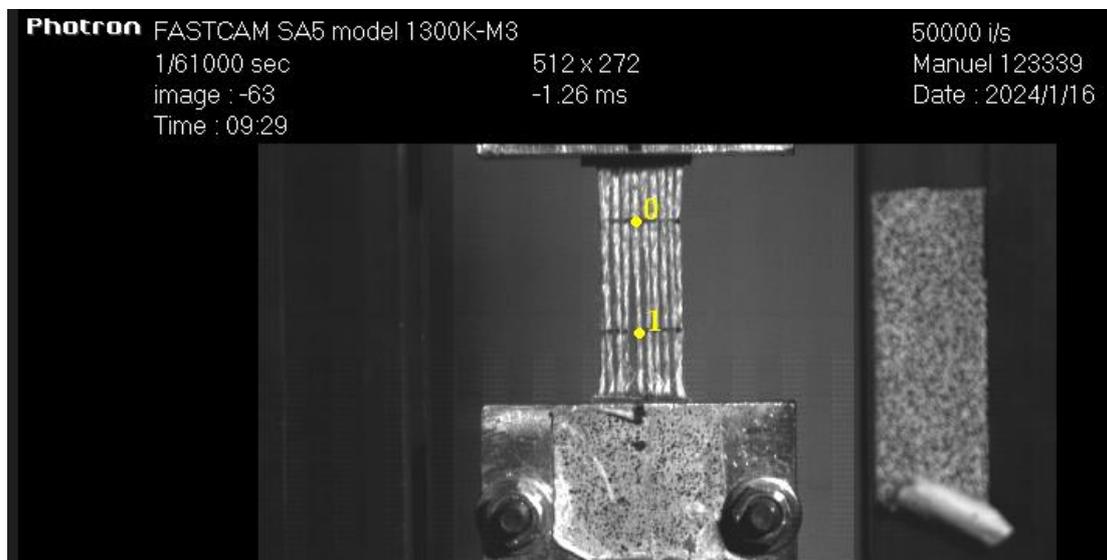


Figure 247 Image pré-essai dynamique rapide : Fibres techniques de Lin sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ )

Quatre éprouvettes, composées chacune de 10 torons de lin, ont été soumises à des essais sur le montage double cadre. Les courbes temporelles enregistrées par le capteur sont caractérisées par de nombreuses oscillations sur toute la durée de sollicitation des éprouvettes. Ces oscillations traversent à plusieurs reprises le domaine négatif avant de remonter en effort, comme illustré sur la Figure 248a. Le signal est périodique, présentant une durée significative de sollicitation avant la rupture de l'éprouvette, atteignant environ 6 ms. Comme illustré par la courbe bleue de la Figure 248b, cette sollicitation est associée à un allongement considérable de 13,3 mm, correspondant à une déformation à la rupture de 66,5 %. Seule l'une des quatre courbes des extensomètres mesurées et présentées sur la Figure 248b permet de suivre le signal jusqu'à 6 ms, car le logiciel d'analyse DIC perd sa capacité de suivi lorsque les marqueurs deviennent moins visibles au-delà d'un certain allongement. À première vue, on pourrait attribuer ces oscillations à des ruptures successives des fibres techniques de lin. Cependant, les allongements sont croissants et monotones, sans chutes momentanées d'allongements, ce qui suggère plutôt l'absence de ruptures de certaines fibres techniques pendant une grande partie de l'essai.

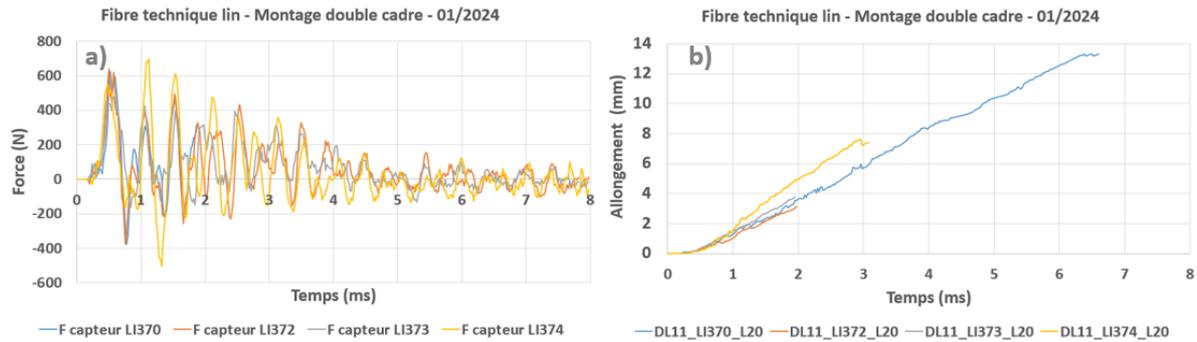


Figure 248 Courbes expérimentales des essais dynamiques rapides sur fibres techniques de lin, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Afin d'acquérir une compréhension approfondie des essais dynamiques rapides sur les fibres techniques de lin, il est décidé de se concentrer sur une éprouvette parmi les quatre testées, l'éprouvette LI372, dont les courbes sont présentées en marron sur la Figure 248a et la Figure 248b (les quatre éprouvettes ont manifesté des comportements similaires en termes d'efforts et d'allongements). Dans la plage de 0 à 2 ms, les courbes force et allongement ont été synchronisées et regroupées sur la Figure 249. Des repères associés aux images capturées par la caméra rapide sont identifiés sur la Figure 249. Ces images sont présentées en détail sur la Figure 250, offrant ainsi la possibilité d'observer la présence éventuelle de phénomènes spécifiques aux instants correspondant aux pics de la courbe temporelle de l'effort.

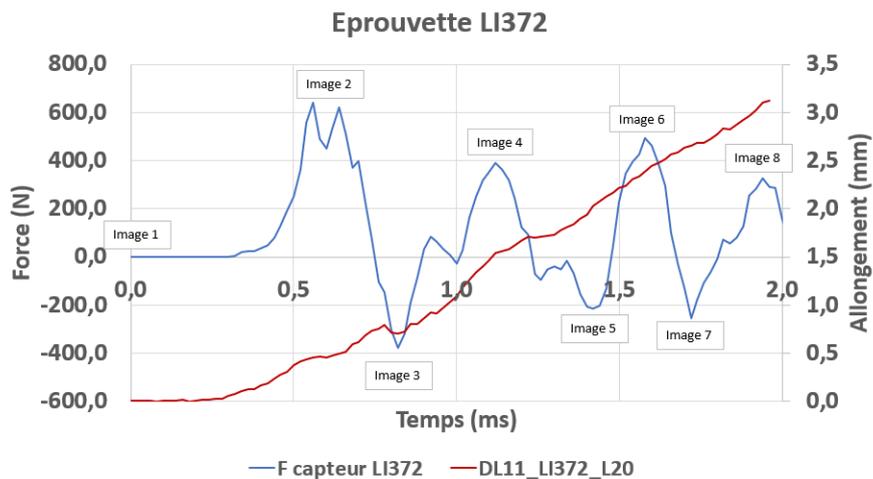


Figure 249 Courbes expérimentales des essais dynamiques rapides sur l'éprouvette LI372

Ces images ( Figure 250) confirment l'absence de rupture de fibres techniques pendant la période de 0 à 2 ms. La première rupture de la première fibre technique se produit vers 2,8 ms, mais en raison de la perte du suivi des repères par la caméra, il n'a pas été possible de tracer la courbe jusqu'à ce moment précis. Cependant, il est possible de confirmer que les oscillations mesurées sur la courbe d'effort pendant cette période ne sont pas dues à des ruptures de fibres, mais plutôt à des phénomènes complexes tels que le déenroulement des fibres techniques combiné à l'allongement des fibres, et probablement à des phénomènes plus microscopiques tels que les phénomènes de plasticité de type Velcro, également appelés « stick-slip », décrits dans les travaux de Placet et al [41].

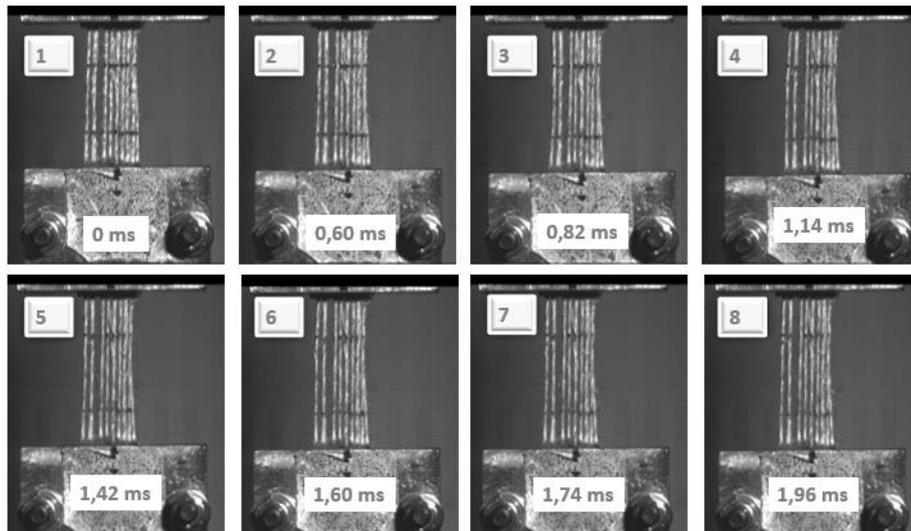


Figure 250 Images extraites de la caméra rapide lors de l'essai sur l'éprouvette LI372 en fibres techniques de lin

Malgré la complexité des phénomènes observés lors des essais sur les éprouvettes de torons de lin avec la tour de chute équipée du montage double cadre, la décision d'explorer l'application de la méthode d'identification inverse à l'aide de simulations Abaqus explicit sur les fibres techniques de lin a été prise. L'attention sera particulièrement portée sur le début de la courbe, car la modélisation ne permet pas de reproduire les différents phénomènes complexes survenant lors du cycle complet de sollicitations en dynamique rapide de l'éprouvette. Ainsi, l'analyse se concentrera sur la première montée en effort. Comme illustré dans la Figure 251, chacun des dix torons de lin a été modélisé avec des éléments barres (TRUSS) de type T3D2 d'une longueur de 5 mm et d'une section de 0,230 mm<sup>2</sup>, correspondant à celle mesurée minutieusement par pesée. Les talons sont maillés avec des éléments volumiques possédant une loi matériau orthotrope linéaire dont les caractéristiques correspondent au drapage constitué de plis à  $\pm 45^\circ$ .

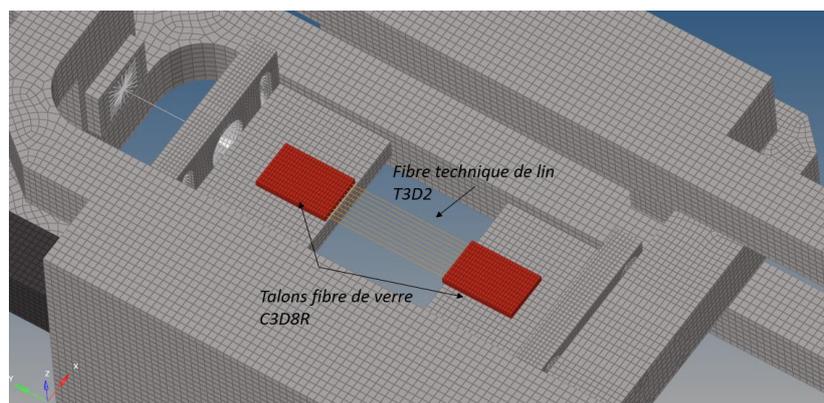


Figure 251 Modélisation de l'éprouvette de torons de lin (parties des mors partiellement cachée)

Les simulations numériques visent à corréler la première montée en effort, un phénomène d'une durée d'environ 0,5 ms. L'objectif est alors d'identifier principalement le module élastique de la fibre de lin dans une plage de vitesses de déformation comprise entre  $39 \text{ s}^{-1}$  et  $61 \text{ s}^{-1}$ . La loi matériau utilisée est de ce fait purement linéaire, sans y intégrer d'endommagement ni de rupture, car seul le début des mesures expérimentales est ici pris en considération. Après quelques itérations, un module d'élasticité compris entre 15000 Mpa et 17 500 MPa a permis une corrélation correcte des

signaux expérimentaux, la valeur de 17500 Mpa semblant être la plus pertinente comme on peut l'observer sur la Figure 252a. Il convient de comparer cette valeur à celle mesurée en statique ( $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), qui variait de 10 186 MPa à 13 830 MPa, ainsi qu'aux valeurs mesurées en quasi-statique ( $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), variant de 7 827 MPa à 12 748 Mpa (ces résultats semblaient indiquer une stagnation ou une légère baisse du module d'élasticité en fonction de la vitesse de déformation, du moins dans cette gamme de faible vitesse de déformation, conformément aux analyses DMA et aux extrapolations issues de ces analyses). Cependant, lors des essais en dynamique rapide, le module semble augmenter, s'opposant à la tendance initialement prévue lors des essais statiques et quasi-statiques. Les phénomènes physiques générés dans cette nouvelle gamme de vitesses de déformation semblent donc être différents. La corrélation sur les extensomètres est légèrement plus délicate en raison des oscillations observées en début de sollicitation, résultant de la mise en tension des fibres techniques qui provoquent des vibrations légères, affectant ainsi le signal temporel des extensomètres virtuels là où avec les simulations numériques ce phénomène n'existe pas. Comme illustré sur la Figure 252b, la simulation numérique prédit un allongement d'environ 0.29 mm à 0.4 ms, tandis que les valeurs expérimentales se situent entre 0.30 mm et 0.22 mm, démontrant ainsi une concordance dans l'ordre de grandeur.

Il y aurait ici un axe de recherche prometteur à approfondir pour modéliser de manière fine et précise le comportement des fibres techniques de lin sous sollicitation dynamique rapide, en cherchant à prendre en compte des aspects tels que le désenroulement des fibres et d'autres phénomènes complexes qui exigent des investigations et des modélisations plus poussées, mais qui, en raison de contraintes de temps, n'ont pas pu être menées lors des travaux.

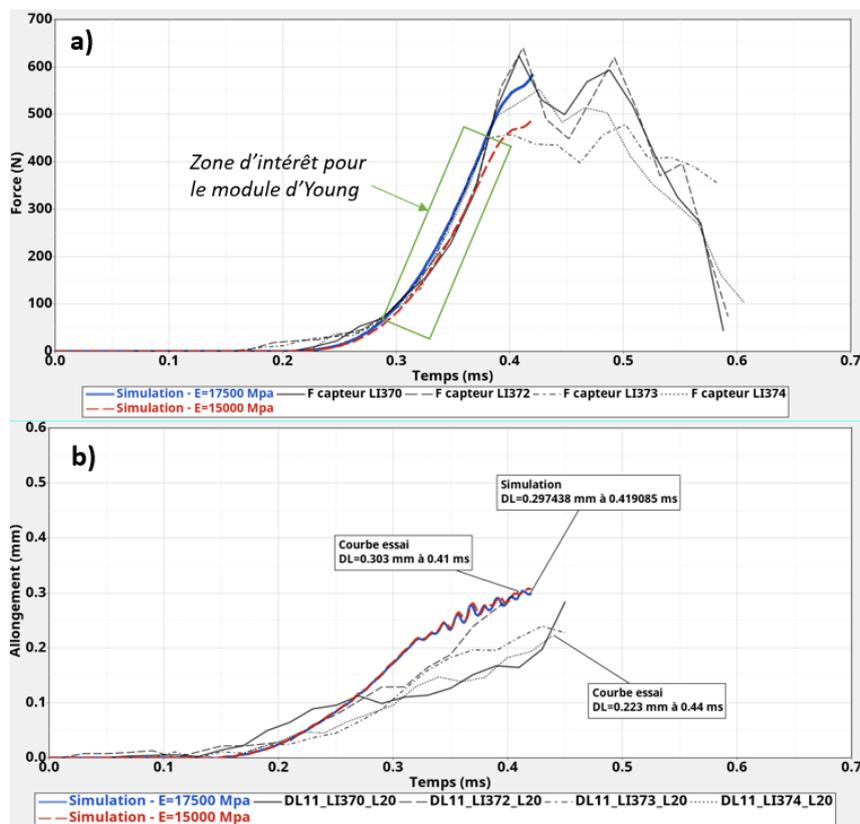


Figure 252 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur fibres techniques de lin, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Comme évoqué précédemment, les quatre éprouvettes constituées de torons de lin ont présenté des comportements assez similaires, une constatation corroborée par l'analyse des signaux temporels issus des essais. De plus, il est à noter que les modes de rupture observés sur les quatre spécimens sont également similaires, avec des ruptures se produisant au centre des fibres techniques de lin, comme illustré sur la Figure 253. Cette cohérence des résultats témoigne d'une campagne expérimentale méthodique et reproductible.

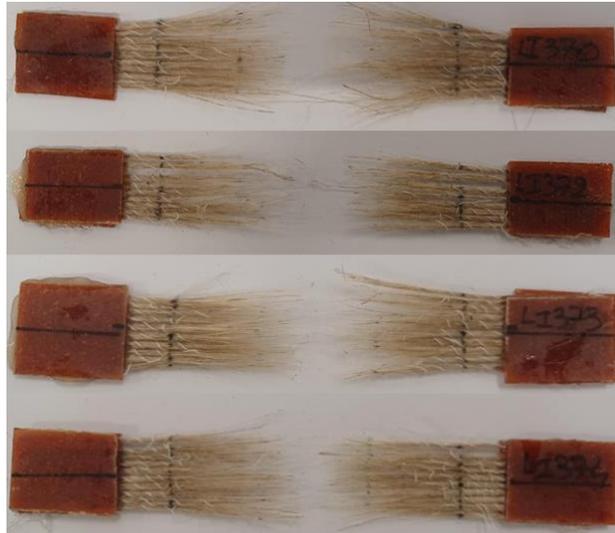


Figure 253 Modes de ruptures des Fibres techniques de Lin pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $39 \text{ s}^{-1}$  et  $61 \text{ s}^{-1}$

### VIII.2.3. Fibres techniques de Basalte

Trois échantillons, chacun composé de 5 torons de fibres de basalte, ont été soumis à des essais en dynamique rapide sur le montage double cadre. Ces spécimens sont parfaitement similaires à ceux utilisés lors des campagnes expérimentales statiques et quasi statiques, avec cinq torons de FILAVA™ découpées à une longueur de 90 mm et fixées entre des talons de verre mesurant 25 mm de long sur 15 mm de large.

Le basalte se caractérise par une rigidité nettement supérieure à celle des autres matériaux testés au cours de cette campagne expérimentale, de même que les charges de rupture mesurées, qui atteignent environ 1500 N lors des essais statiques et quasi statiques. Malgré le risque de se rapprocher des charges proches des limites de la cellule d'effort de 5 kN lors des essais dynamiques, le capteur de 5 kN a été utilisé pour garantir une précision optimale des mesures.

Les conditions d'essai ont été maintenues identiques à celles des autres matériaux testés, avec une masse tombante de 2 kg et une vitesse d'impact de 3 m/s. Comme illustré sur la Figure 254, l'essai a été enregistré par une caméra rapide, avec une fréquence d'acquisition de 50000 images par seconde et une résolution de 512x272 pixels, pour suivre l'extensomètre virtuel d'une longueur initiale de 20 mm.

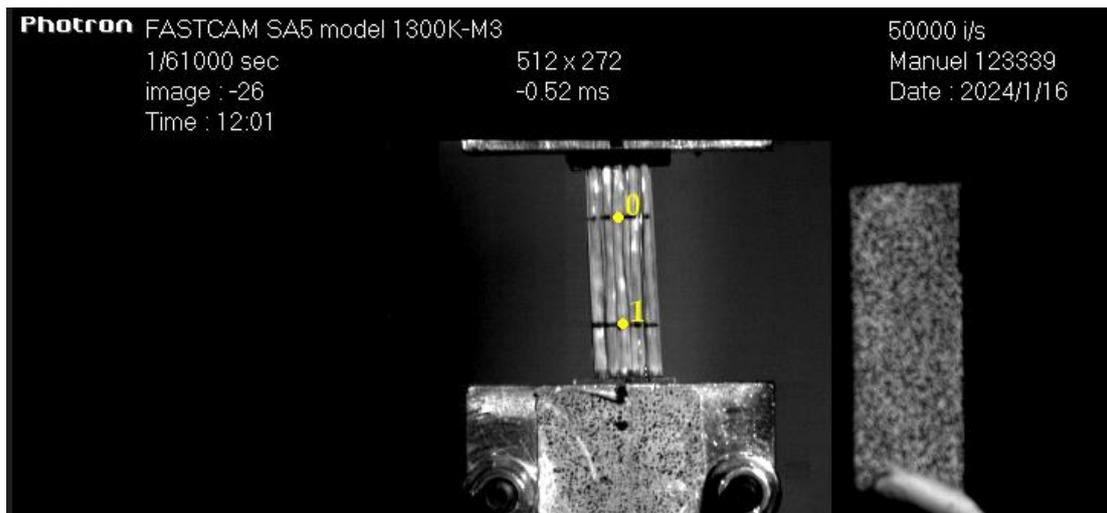


Figure 254 Image pré-essai dynamique rapide : Fibres techniques de Basalte sur tour de chute double cadre avec extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ )

Comme le montre la Figure 255, la modélisation des fibres de basalte a suivi la même approche que celle adoptée pour les fibres techniques de lin. Cela implique l'utilisation d'éléments 1D de type T3D2 d'une longueur d'environ 5 mm et d'une section de  $0.203 \text{ mm}^2$ , correspondant à une estimation précise obtenue par pesée. Les talons sont constitués d'éléments volumiques avec une loi matériau orthotrope linéaire de type « engineering constants » dont les caractéristiques correspondent au drapage constitué de plis à  $\pm 45^\circ$ . La loi matériau appliquée au basalte est de nature élastique fragile.

Bien qu'une modélisation plus approfondie des torons de basalte puisse être envisagée pour décrire au mieux les modes de déformation de ces fibres lors de l'essai, il a été décidé de maintenir cette approche simplifiée dans la modélisation. Cela est motivé par le fait que les différentes itérations visent principalement à identifier le module d'Young, et surtout le début de la montée en effort mesuré par le capteur.

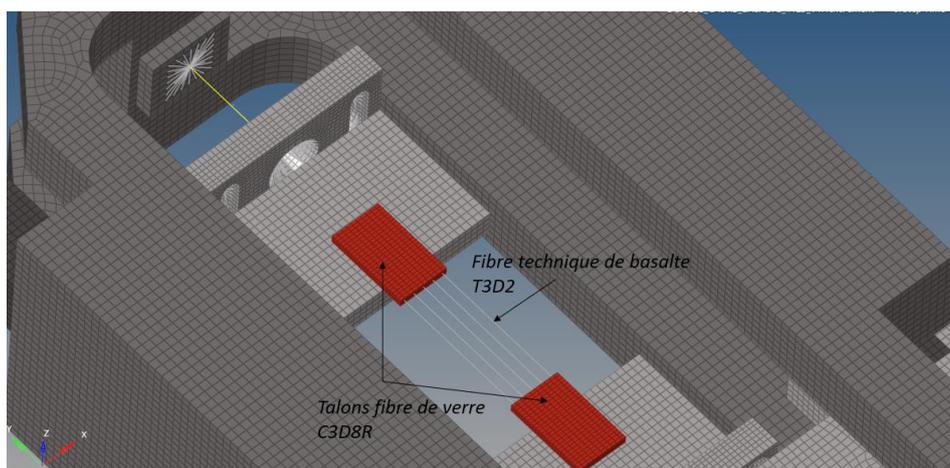


Figure 255 Modélisation de l'éprouvette de torons de basalte (parties des mors partiellement cachée)

On observe une cohérence des résultats expérimentaux entre les trois éprouvettes signe d'une reproductibilité satisfaisante des essais et de la bonne préparation des échantillons. Contrairement aux fibres techniques de lin qui présentaient de multiple cycle de charges et décharges au niveau de

l'effort mesuré par le capteur, le signal de la force mesurée à une seule montée suivie d'une rupture de situant entre 2831 N et 2951 N. D'un point de vue corrélation, l'utilisation d'un module d'Young de 90000 Mpa permet de reproduire les signaux expérimentaux du capteur de force et des extensomètres virtuels représentés respectivement en noir sur la Figure 256a et la Figure 256b. La valeur utilisée ici pour le module d'élasticité correspond à la tranche haute des estimations observées en statique et en quasi statique où le module d'Young a été mesuré entre 75000 Mpa et 90000 Mpa. Les allongements maximums enregistrés, identifiés après analyses des vidéos de ces essais, se situent entre 0,58 mm et 0,78 mm, correspondant ainsi à des déformations à la rupture comprises entre 2,9 % et 3,9 %. Ces valeurs sont à mettre en regard avec les allongements mesurés en statique et en quasi-statique, qui se situent entre 2,4 % et 2,8 %. Cette comparaison suggère une potentielle augmentation des capacités d'allongement des fibres de basalte sous l'effet de la vitesse de déformation, ce qui va à l'encontre des observations de Zhu et al. [58], qui prédisaient une diminution de 6 % des allongements à la rupture de ces fibres entre  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $1 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ .

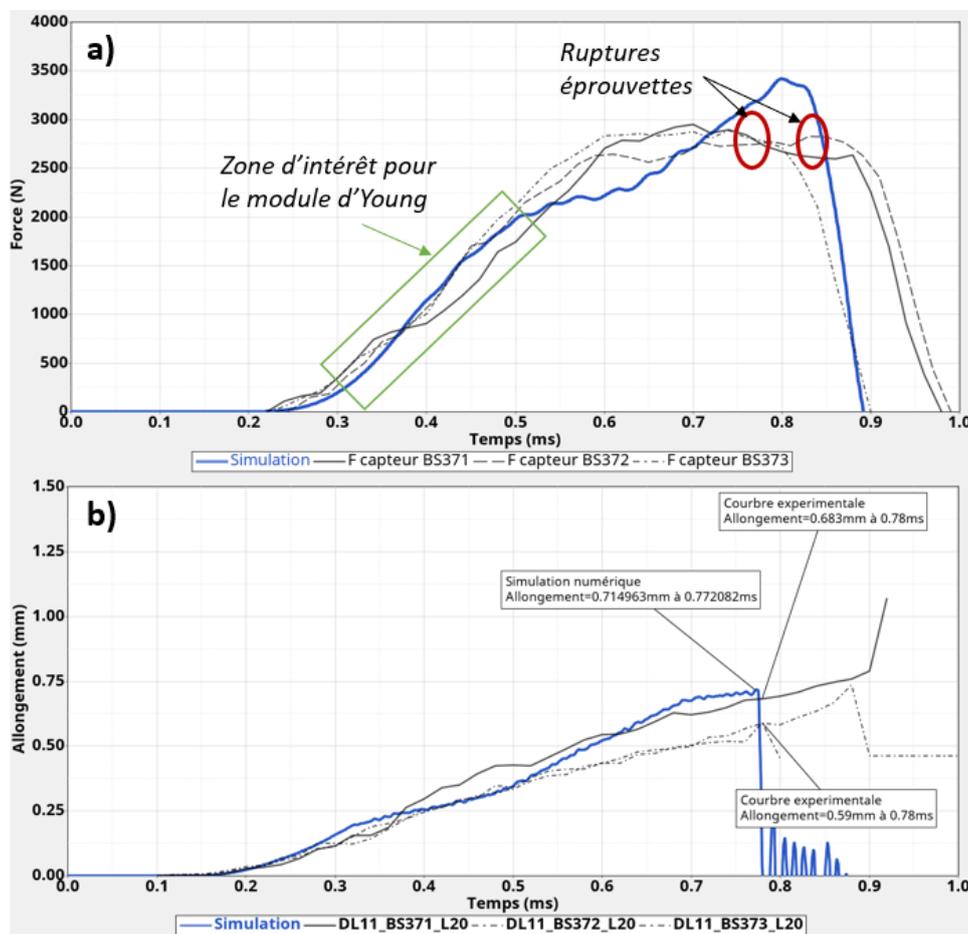


Figure 256 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur fibres techniques de basalte, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Les faciès de rupture des trois éprouvettes soumises à des essais en dynamique rapide sur le montage double cadre sont présentés dans la Figure 257, mettant en évidence des modes de rupture similaires observés sur l'ensemble des échantillons. Les vitesses de déformation, mesurées en dérivant les signaux des extensomètres, indiquent des valeurs comprises entre  $44 \text{ s}^{-1}$  et  $48 \text{ s}^{-1}$ . Les modes de rupture des torons de basalte diffèrent de ceux observés sur les torons de lin, où les

dommages et les ruptures se concentrent généralement dans une zone assez restreinte vers le centre des éprouvettes. En revanche, dans le cas des torons de basalte, les dommages semblent affecter des zones beaucoup plus étendues des torons.

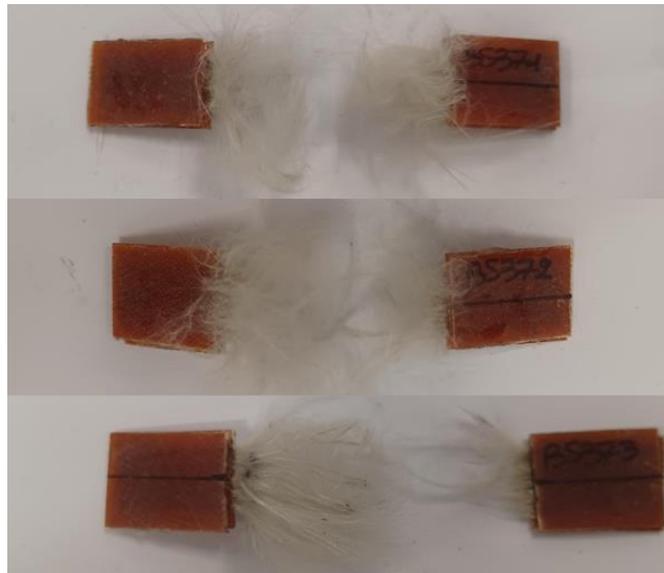


Figure 257 Modes de ruptures des Fibres techniques de Basalte pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $44 \text{ s}^{-1}$  et  $48 \text{ s}^{-1}$

#### VIII.2.4. Conclusion des essais dynamiques sur les fibres sèches

Ce paragraphe vise à résumer les résultats obtenus lors de la caractérisation des trois renforts seuls, sans polymères, lors des tests statiques, quasi-statiques et dynamiques. Contrairement aux analyses effectuées pour les deux polymères, il est beaucoup plus délicat ici de tirer des enseignements sur les effets de vitesse sur les fibres sèches, notamment sur les fibres végétales qui ont démontré une grande variabilité dans leurs propriétés, en raison de la complexité de tester des éprouvettes de fibres pures. Cela est dû notamment au positionnement délicat des fibres de lin et de basalte pour garantir un alignement parfait avec l'axe de sollicitation, ainsi qu'au suivi par DIC de ces deux fibres techniques en raison des mouvements parasites, ce qui affecte parfois la qualité du suivi optique. Néanmoins, il est pertinent de compiler les résultats afin d'en tirer quelques conclusions à ce stade des études.

Les résultats des essais sur les rubans de bambou sont compilés dans le tableau de la Figure 258. Comme précisé précédemment, les rubans de bambou ont montré une variabilité particulièrement importante sur les modules d'élasticité et la contrainte à la rupture, faisant de cette fibre celle ayant la plus grande variation dans les résultats extraits des essais. Cela oblige donc à être très prudents dans l'interprétation de l'influence de la vitesse de déformation sur ces caractéristiques du matériau. La valeur du module de Young identifiée par la méthode d'identification inverse est très proche de la valeur moyenne de  $10\,000 \text{ MPa}$  identifiée par Richmond [28] lors de ces essais sur une centaine d'échantillons en statique, ce qui suggère, sur la base de ces valeurs, une influence faible voire nulle de la vitesse de sollicitation sur le module de Young du ruban de bambou. Ces résultats doivent être comparés avec les estimations obtenues par DMA sur les rubans de bambou, une méthodologie qui suggérait une augmentation significative entre 10 et 13 % du module pour des vitesses de déformations de  $100 \text{ s}^{-1}$ . La contrainte maximale identifiée en dynamique lors des

analyses est inférieure aux 210 Mpa identifiés par Richmond lors de ses travaux, laissant potentiellement penser à un abaissement des contraintes à la rupture lorsque les vitesses de déformations augmentent, tendance également constaté par Chokshi et al [31] entre  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L'évolution des déformations à la rupture est logique pour un matériau élastique fragile, avec une tendance à la diminution lorsque les vitesses de chargement augmentent.

<i>Ruban Bambou</i>	<i>Statique</i>	<i>Quasi Statique</i>	<i>Dynamique</i>	<b><i>Coefficient Statique -&gt; Dynamique</i></b>
$E$ (Mpa)	6866 à 16965	10069 à 15039	10000	<b>0.59 à 1.46</b>
$\sigma^{max}$ (Mpa)	130 à 325	125 à 310	170	-
$\epsilon^{max}$ (%)	1.5 à 2.2	1.6 à 2.1	0.82 à 1.41	<b>0.37 à 0.94</b>

Figure 258 Evolution des propriétés mécaniques des rubans de bambou de la statique à la dynamique

Tout comme pour les rubans de bambou, les fibres techniques de lin ont montré une variation importante dans les mesures de leur module d'élasticité, mettant en évidence la variabilité des renforts végétaux du point de vue de leurs caractéristiques mécaniques. Les analyses DMA effectuées précédemment suggéraient une stabilité ou une légère diminution, située autour de 3 %, du module d'élasticité des fibres techniques de lin lors des essais en dynamique rapide. Pour rappel, l'estimation par DMA pour des taux de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$  est basée sur l'évolution du module de la statique à la quasi statique et suppose donc une évolution linéaire sur toute la plage de vitesses de déformation. Cette méthodologie ne peut donc pas prendre en compte des phénomènes complexes qui pourraient rendre l'évolution du module d'élasticité non linéaire. Les essais mécaniques classiques associés aux simulations numériques explicites indiquent une tendance à l'augmentation du module d'élasticité des fibres de lin entre le quasi statique et la dynamique, après avoir montré une légère diminution de ce module entre la statique et le quasi statique, comme le montrent également les analyses effectuées par DMA et les observations de Lefebvre et al. [43] sur cette plage de faibles vitesses de déformation. L'analyse de l'évolution de la contrainte à la rupture semble indiquer une augmentation (tableau de la Figure 259) entre la statique et le quasi statique, il n'a pas été possible d'identifier ce paramètre lors des essais dynamiques rapides, tout comme la mesure des allongements à la rupture, notamment en raison de la perte de suivi des marquages des extensomètres virtuels, car les allongements des fibres techniques de lin sont considérables.

<i>Fibre technique Lin</i>	<i>Statique</i>	<i>Quasi Statique</i>	<i>Dynamique</i>	<b><i>Coefficient Statique -&gt; Dynamique</i></b>
$E$ (Mpa)	10186 à 13830	7827 à 12748	15000 à 17500	<b>1.08 à 1.72</b>
$\sigma^{max}$ (Mpa)	120 à 135	150 à 180		-
$\epsilon^{max}$ (%)	-	-	-	-

Figure 259 Evolution des propriétés mécaniques des fibres techniques de lin de la statique à la dynamique

Les résultats concernant les caractérisations des fibres techniques de basalte ont montré moins de dispersion qu'avec les renforts végétaux, notamment en ce qui concerne l'évolution de la contrainte

maximale et de la déformation à la rupture. En effet, la lecture des modules d'élasticité lors des essais statiques et quasi-statiques n'a pas été simple, indiquant des valeurs oscillantes entre 71 000 et 89 000 MPa lors des essais statiques et dynamiques, une variation potentiellement justifiée par le positionnement pas toujours parfaitement aligné sur l'axe de sollicitation de la machine, ce qui pourrait affecter considérablement la lecture du module d'élasticité. Néanmoins, les valeurs sont cohérentes avec les 72 300 MPa mesurés lors des travaux de Bhat et al [56] et les 90 000 MPa indiqués pour le module d'élasticité des fibres unitaires spécifiés par le fournisseur des unidirectionnels de basalte. Le module d'élasticité des fibres techniques de basalte semble donc avoir une tendance à une légère augmentation, augmentation qui pourrait être plus importante si l'on se base sur la fourchette basse des caractérisations statiques. L'analyse des propriétés mécaniques dynamiques des fibres de basalte suggère également une potentielle augmentation des capacités d'allongement et de la résistance à la rupture sous l'effet de la vitesse de déformation. Les différents résultats concernant ces renforts sont regroupés dans le tableau de la Figure 260.

<i>Fibre technique Basalte</i>	<i>Statique</i>	<i>Quasi Statique</i>	<i>Dynamique</i>	<b><i>Coefficient Statique -&gt; Dynamique</i></b>
<i>E (Mpa)</i>	71586 à 89009	73329 à 87635	90000	<b>1.01 à 1.25</b>
<i><math>\sigma^{max}</math> (Mpa)</i>	1370 à 1480	1290 à 1410	3100	<b>2.20</b>
<i><math>\varepsilon^{max}</math> (%)</i>	2.3 à 2.8	2.3 à 2.8	2.9 à 3.9	<b>1.04 à 1.70</b>

Figure 260 Evolution des propriétés mécaniques des fibres techniques de basalte de la statique à la dynamique

### VIII.3. Composites

#### VIII.3.1. Composites 8 plis à 0°

La majorité des échantillons composites, composés de huit plis unidirectionnels positionnés à 0°, sont soumis à des sollicitations à l'aide du "Dispositif de Traction Dynamique". Ce dispositif a la capacité de mesurer des forces allant jusqu'à 120 kN. La Figure 261a illustre les essais, enregistrés par une caméra PHOTRON FASTCAM APX RS à une fréquence d'acquisition de 50 000 images par seconde et une résolution de 128 x 192 pixels. Ceci permet de suivre les repères représentant l'extensomètre virtuel d'une longueur  $L_0$  de 20 mm, visibles sur l'image 224b.

La simulation numérique de l'éprouvette, présentée en Figure 261c, est modélisée à l'aide d'éléments SHELL à intégration réduite pour la partie composite et C3D8R pour les talons de verre avec un drapage de  $\pm 45^\circ$  et une épaisseur d'environ 2 mm. Comme exposé dans le paragraphe VI.1.1.2, la méthode d'identification inverse a été appliquée au modèle préalablement validé avec des éprouvettes en aluminium AL2024T4. Les simulations numériques de la campagne expérimentale utilisent donc ce modèle de manière identique avec une adaptation des dimensions de l'éprouvette et de la loi matériau.

Deux séries d'itérations ont été entreprises sur les composites à 0° soumis au DTD. La première série impliquait l'utilisation d'une carte matériau définie comme orthotrope linéaire élastique, accompagnée d'un critère de rupture basique fondé sur la contrainte maximale. L'objectif était

d'estimer de manière simple le module d'Young et la contrainte à la rupture. La seconde série d'itérations a utilisé la VUMAT et un critère de rupture basé sur les taux de restitution d'énergie.

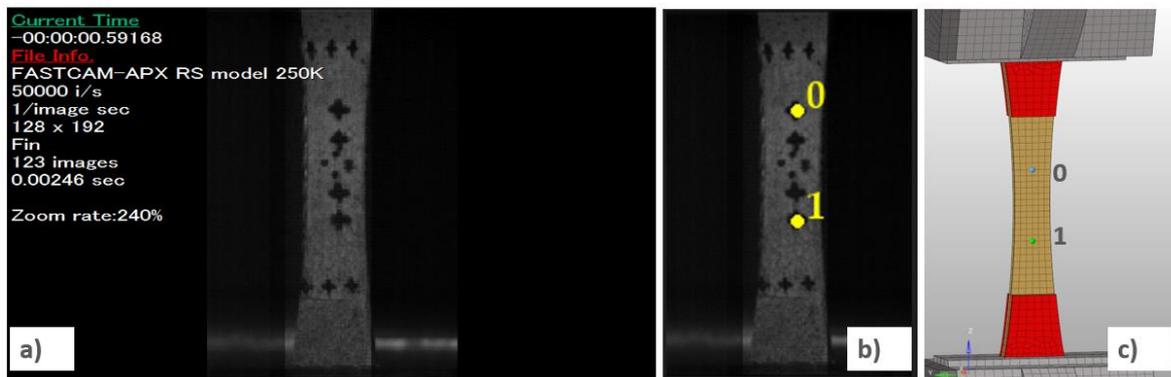


Figure 261 (a) Image pré-essai dynamique rapide d'une éprouvette composite 8 plis 0° sur montage DTD, (b) marqueurs de l'extensomètre virtuel ( $L_0=20\text{mm}$ ) et (c) modélisation de l'éprouvette

Quelques essais de caractérisation de composites composés de plis à 0° ont également été entrepris sur le montage double cadre afin de comparer les résultats obtenus avec les deux méthodes d'essai. L'objectif étant d'évaluer la cohérence des tendances issues des méthodes d'identification inverse utilisant les deux modèles Abaqus Explicit. Ces essais ont été réalisés uniquement lorsque suffisamment de matériau était disponible dans la même plaque composite ayant servi à la fabrication des éprouvettes sur le dispositif DTD, permettant ainsi une comparaison fiable des caractéristiques matériaux. Les échantillons testés sur le montage double cadre ont été enregistrés à l'aide d'une caméra PHOTRON FASTCAM SA5, avec une fréquence d'acquisition de 50 000 images par seconde et une résolution de 512 x 272 pixels, comme illustré sur la Figure 262a. Cela permet de réaliser des mesures sur l'extensomètre virtuel de longueur initiale de 20 mm, représenté sur la Figure 262b. L'éprouvette est modélisée de la même manière que sur le montage DTD avec des éléments SC8R pour la zone composite et C3D8R pour les talons de verre, comme présenté en Figure 262c. Le modèle reste identique à celui validé dans le paragraphe VI.1.2.2, avec uniquement des ajustements sur l'épaisseur de l'éprouvette et la carte matériau orthotrope linéaire élastique.

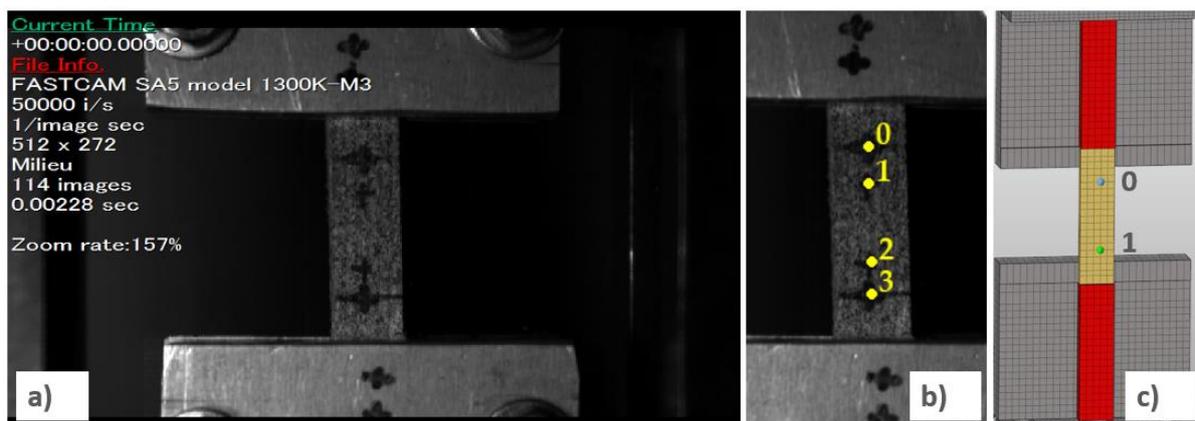


Figure 262 (a) Image pré-essai dynamique rapide d'une éprouvette composite 8 plis 0° sur montage double cadre, (b) marqueurs de l'extensomètre virtuel ( $L_0=10$  et  $20\text{mm}$ ) et (c) modélisation de l'éprouvette

### VIII.3.1.1. Composites renforcés de ruban de bambou

#### VIII.3.1.1.1. Composite Bambou/ELIUM

La caractérisation des composites en bambou, constitués de 8 plis unidirectionnels orientés à  $0^\circ$ , a été conduite sur le dispositif d'essai DTD à l'aide de deux éprouvettes de 12 mm de largeur et d'une épaisseur d'environ 2.8 mm.

Les essais des deux éprouvettes ont révélé des résultats similaires tant au niveau des efforts mesurés que des extensomètres. Les vitesses de déformation mesurées étaient de  $35 \text{ s}^{-1}$  pour le premier essai et de  $52 \text{ s}^{-1}$  pour le second. La première itération des simulations numériques a utilisé des valeurs identifiées de 10 000 MPa pour le module d'Young et de 170 MPa pour la contrainte à la rupture. Cette approche a permis d'obtenir une corrélation satisfaisante, tant au niveau des efforts mesurés par le capteur que des extensomètres virtuels. Les courbes expérimentales et numériques présentent des niveaux et des formes proches, comme illustré sur la Figure 263a et la Figure 263b.

Ces résultats demeurent cohérents par rapport à ceux mesurés à des vitesses de déformation inférieures, de l'ordre de 10 000 MPa pour le module d'élasticité, soulignant que les composites à base de ruban de bambou à  $0^\circ$  et de résine ELIUM ne semblent ne pas être sensibles à la vitesse de déformation dans les plages de vitesses mesurées.

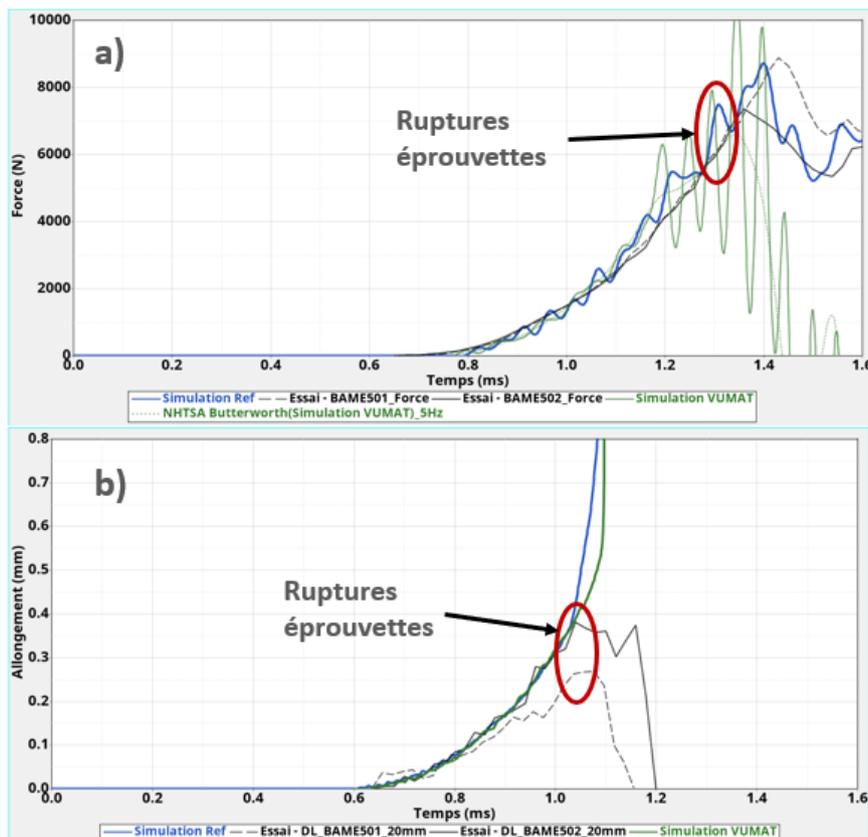


Figure 263 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/ELIUM  $[0^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

### VIII.3.1.1.2. Composite Bambou/PA11

L'analyse du comportement des composites constitués de 8 plis de ruban de bambou positionnés à  $0^\circ$  et de matrice PA11 a été réalisée sur deux éprouvettes de 12 mm de largeur et d'une épaisseur de 2.3 mm. Seules deux éprouvettes ont été utilisées, car elles ont manifesté des comportements très similaires, se traduisant par des courbes expérimentales quasiment superposables, comme illustré sur la Figure 264 et la Figure 264b. Les vitesses de déformation, déduites des dérivées temporelles des signaux de l'extensomètre, indiquent une vitesse de 43 s<sup>-1</sup> pour un essai et de 49 s<sup>-1</sup> pour l'autre. En utilisant un module d'élasticité dans le sens des fibres de la carte matériau de 12 000 MPa, avec une contrainte à la rupture de 180 MPa, les courbes expérimentales des efforts et des extensomètres sont approximées de manière très satisfaisante, comme illustré dans la Figure 264. La contrainte de rupture de 180 MPa est cohérente avec celle de 170 MPa mesurée dans des configurations similaires pour le composite Bambou/ELIUM, car la fibre guide la rupture dans ce type de drapage. Bien que le module d'élasticité de 12 000 MPa puisse sembler inférieur aux 17 134 MPa mesurés en statique et aux 17 062 MPa mesurés en quasi-statique, il convient de noter que la plaque utilisée pour ces éprouvettes a été fabriquée selon un autre procédé limitant les fuites de résine lors de la thermocompression. Les caractéristiques mécaniques de cette plaque sont plus faibles, variant entre 11 746 MPa et 12 954 MPa en statique pour le module d'élasticité longitudinale. Faute de matière suffisante, cette plaque n'a pas été caractérisée en quasi-statique. Ces valeurs sont plus cohérentes avec les mesures en dynamique et suggèrent une faible sensibilité à la vitesse de déformation des composites Bambou/PA11 dans ces conditions de déformation.

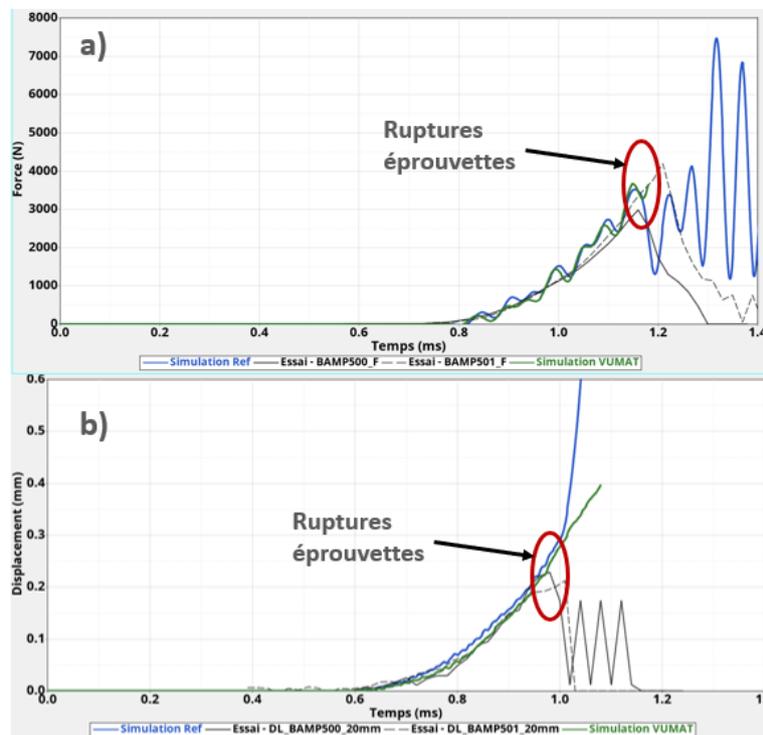


Figure 264 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/PA11  $[0^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Des échantillons composés de ruban de bambou et de matrice PA11 ont également été soumis à des tests sur le montage double cadre afin de comparer les identifications effectuées avec l'autre

dispositif de caractérisation dynamique. Ces essais ont utilisé une masse de 8 kg impactant le montage double cadre à une vitesse de 3 m/s. Deux éprouvettes de longueur 120 mm et de largeur 20 mm, avec des talons de longueur 40 mm, ont permis de réaliser des essais avec des vitesses de déformation de  $24 \text{ s}^{-1}$  et  $28 \text{ s}^{-1}$ . Le module d'élasticité de 12 000 MPa a été utilisé, car il correspond à celui identifié lors des itérations sur le modèle DTD. Cette valeur permet de reproduire de manière satisfaisante les signaux enregistrés par le capteur 50 KN (Figure 265a). Il est également à noter que les deux éprouvettes testées ont fourni des courbes expérimentales similaires. La contrainte à la rupture implémentée dans la loi élastique orthotrope afin de reproduire la rupture a été identifiée à 200 MPa pour ces simulations, une valeur légèrement plus élevée que les 180 MPa utilisés lors des simulations sur le montage DTD. Cette différence peut être justifiée par les variations observées sur les contraintes maximales en statique et en quasi-statique. Les simulations sur le montage double cadre ont tendance à surestimer les allongements mesurés par rapport à ceux observés expérimentalement (Figure 265b), mais étant donné que les valeurs mesurées sont très faibles, de l'ordre de 0.2 mm, il est nécessaire de prendre du recul par rapport aux tolérances des mesures effectuées. De plus, les ruptures apparaissent généralement au bord des talons, suggérant des allongements plus importants dans cette zone que dans la zone centrale d'où sont extraites les données de la simulation des extensomètres virtuels. Il semble donc que les deux moyens d'essais et les méthodologies d'identification numérique donnent des résultats assez proches en ce qui concerne le module d'Young et la contrainte à la rupture pour ce composite.

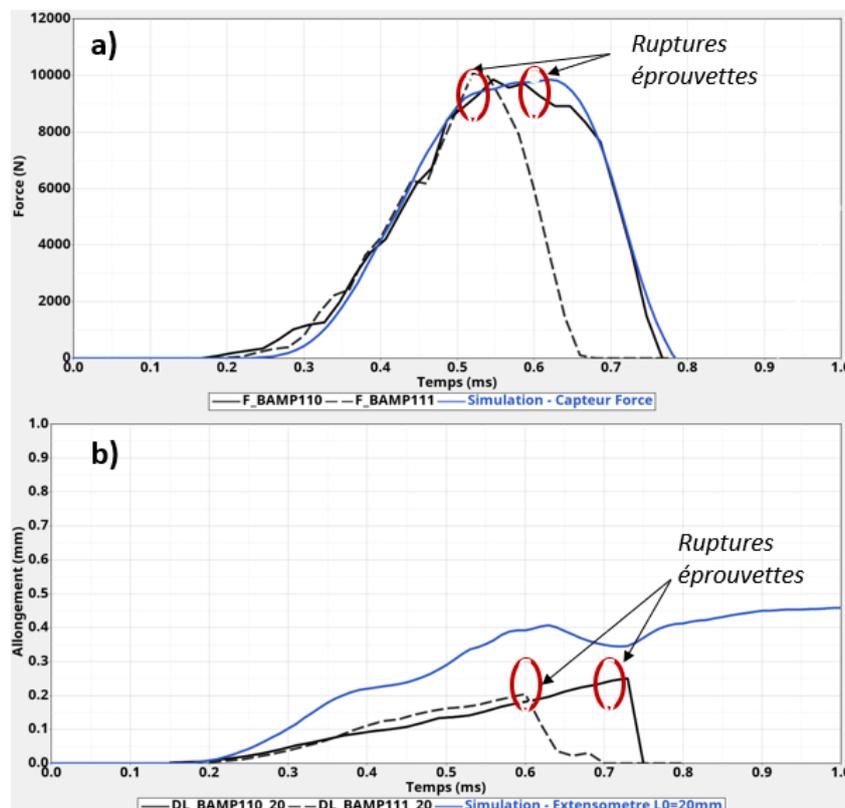


Figure 265 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/PA11  $[0^\circ]_8$  avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

### VIII.3.1.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin

#### VIII.3.1.2.1. Composite Lin/ELIUM

Trois éprouvettes de largeur 10mm et d'épaisseur 3mm ont été utilisées pour évaluer la sensibilité des composites Lin/ELIUM, constitués de huit plis à  $0^\circ$ , sur le dispositif d'essai DTD. Les vitesses de déformation mesurées lors des trois essais sont respectivement de  $52 \text{ s}^{-1}$ ,  $53 \text{ s}^{-1}$  et  $59 \text{ s}^{-1}$ , démontrant ainsi la reproductibilité des tests. Les courbes expérimentales correspondantes aux efforts du capteur (Figure 266a) et aux extensomètres virtuels (Figure 266b) indiquent des niveaux comparables tant au niveau des valeurs que des formes, renforçant la cohérence des résultats obtenus au cours des essais. Les itérations sur le module d'élasticité dans le sens des fibres du composite ont conduit à l'identification d'une valeur de 12 000 MPa, permettant une reproduction convaincante des courbes expérimentales. La valeur de la contrainte maximale implémentée dans le modèle de simulation a été fixée à 210 MPa, assurant une bonne corrélation sur la partie rupture des échantillons. En statique, le module d'Young moyen a été mesuré à 10 789 MPa, tandis qu'à une vitesse de déformation de 300 mm/min, la moyenne a atteint 12 703 MPa, représentant une augmentation de 18%. Les contraintes maximales en statique sont de 215 MPa, contrastant avec la valeur de 260 MPa en quasi-statique. Les valeurs mesurées en dynamique rapide sur le composite Lin/ELIUM se rapprochent donc de celles enregistrées en quasi-statique, indiquant une probable stagnation des propriétés mécaniques du composite Lin/ELIUM avec ce type de drapage à des vitesses de déformation allant de l'ordre de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à  $59 \text{ s}^{-1}$ .

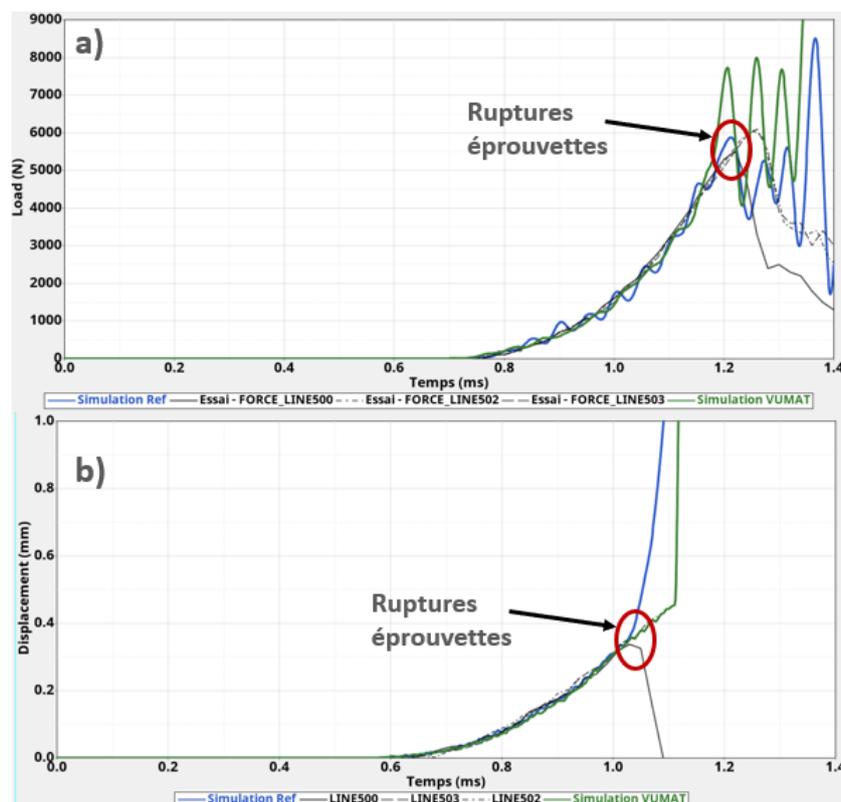


Figure 266 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/ELIUM  $[0^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

### VIII.3.1.2.2. Composite Lin/PA11

Deux éprouvettes de 10 mm de largeur et 2.15 mm d'épaisseur ont permis d'évaluer le comportement en dynamique rapide des composites Lin/PA11 composés de huit plis à  $0^\circ$  sur le moyen d'essai DTD. Les vitesses de déformation mesurées lors des deux essais étaient respectivement de 52 s<sup>-1</sup> et 65 s<sup>-1</sup>. La sélection de seulement deux essais a été validée par la similarité des signaux enregistrés sur les deux spécimens, comme illustré sur la Figure 267a et la Figure 267b. L'itération sur le modèle Abaqus Explicit correspondant aux essais a été réalisé avec un module d'élasticité de 16 000 MPa et une contrainte à la rupture de 300 MPa, permettant une bonne corrélation des courbes expérimentales. Il est à noter que cette valeur de contrainte maximale est significativement plus élevée que celle observée sur le composite Lin/ELIUM. Cependant, cette différence était déjà présente en quasi-statique, où le composite Lin/PA11 affichait des contraintes à la rupture de 330 MPa, contrairement à celui fabriqué avec le polymère PA11, qui se rompait autour de 260 MPa en quasi-statique. Rappelons également que le module d'élasticité moyen pour les composites Lin/PA11 en statique était de 16 507 MPa, et en quasi-statique, il était de 17 663 MPa. L'estimation réalisée par la méthode d'itération inverse indique que ce composite semble avoir des propriétés en dynamique rapide plus proches de celles mesurées en statique que de celles observées en quasi-statique, suggérant une faible sensibilité à la vitesse de déformation pour des taux de déformation autour de 60 s<sup>-1</sup>.

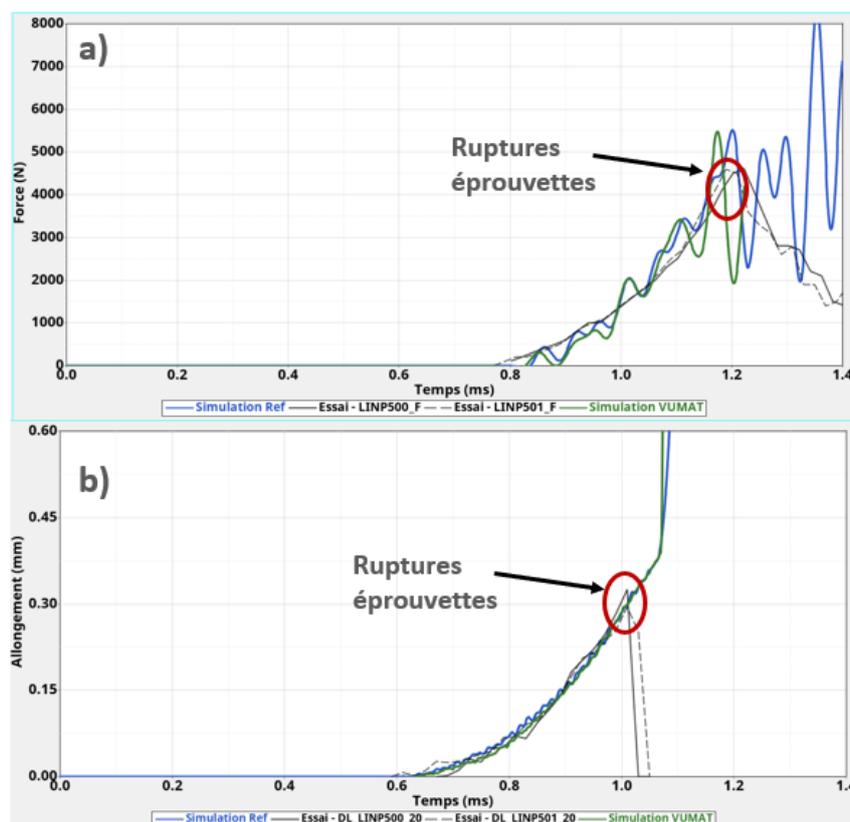


Figure 267 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/PA11  $[0^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Trois éprouvettes composées de fibres techniques de lin et de matrice PA11 ont également été soumises à une caractérisation sur le montage double cadre. Ces éprouvettes mesurent 120 mm de

long pour 10 mm de large, avec une épaisseur d'environ 2.3 mm, et possèdent également des talons de fibres de verre d'une longueur de 40 mm. Les trois éprouvettes ont généré des signaux expérimentaux relativement proches, tant au niveau de l'effort que des allongements. Les traitements d'image des extensomètres de longueur 20 mm ont permis d'estimer les vitesses de déformations à 34 s-1, 37 s-1 et 38 s-1. Les données identifiées lors des simulations numériques sur le dispositif DTD ont été directement appliquées au modèle correspondant au moyen d'essai du double cadre. Comme on peut l'observer sur les courbes de la Figure 268a, ces valeurs permettent une bonne corrélation des signaux temporels d'efforts mesurés par la cellule d'effort, principalement dans la phase de montée linéaire. Le module d'élasticité de 16 000 MPa donne ainsi de bons résultats du point de vue de la corrélation entre la simulation numérique et les courbes d'effort expérimentales. La valeur extraite des simulations du DTD pour les contraintes maximales, soit 300 MPa, permet également de reproduire de manière satisfaisante la rupture du composite. L'extensomètre de la simulation numérique donne des valeurs sensiblement plus élevées, de l'ordre de 0.37 mm au lieu de 0.29 mm, mais ces valeurs mesurées sont faibles, et l'on remarque que la pente des courbes d'allongements expérimentales et numériques est identique.

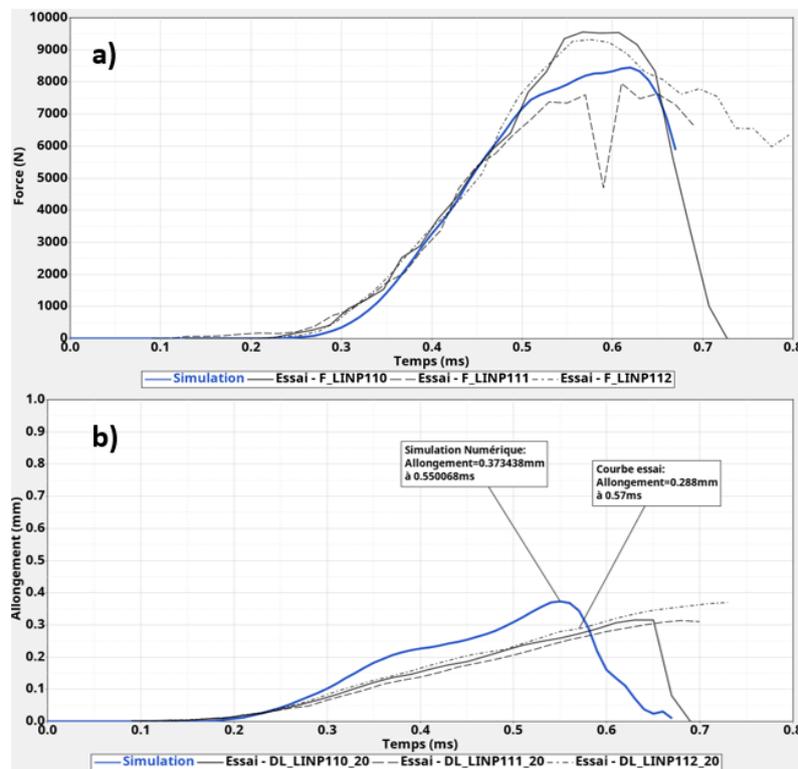


Figure 268 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/PA11 [0°]<sub>8</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

### VIII.3.1.3. Composites renforcés de fibres techniques de basalte

Lors des essais avec les éprouvettes composites en fibre de basalte, de nombreux glissements significatifs des éprouvettes et des décollements quasi systématiques des talons ont été constatés avec les premiers mors développés et fabriqués. Cette situation rendait complexe l'identification des constantes matériaux recherchées, car aucun essai ne se déroulait de manière convenable sans

le problème récurrent de décollement des talons. Pour relever ces défis, il a été décidé d'améliorer le système de fixation des éprouvettes en concevant et fabriquant de nouveaux mors dotés d'une empreinte trapézoïdale, permettant le positionnement direct de l'éprouvette sans recourir à un système auto-serrant comme dans la version précédente des mors. Ces nouveaux mors, représentés sur la Figure 269, ont été conçus en utilisant du titane comme matériau, offrant ainsi une combinaison optimale de rigidité tout en minimisant la masse et les effets d'inertie. Cette innovation vise à résoudre les problèmes de glissements et de décollement des talons, créant ainsi un environnement expérimental plus fiable et propice à l'obtention de données précises pour l'identification des propriétés matérielles des composites en fibre de basalte.

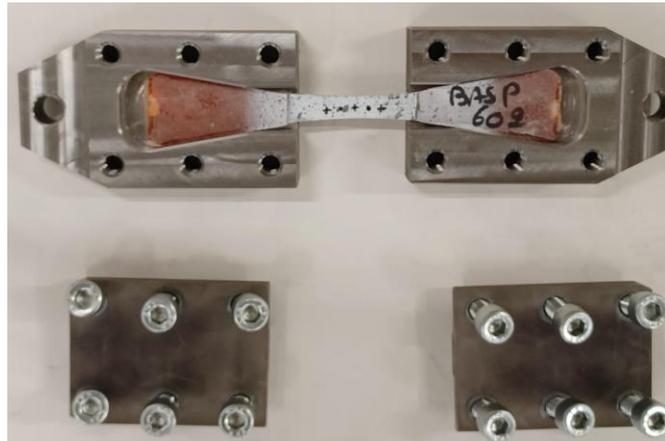


Figure 269 Présentation du nouveau système de mors du moyen d'essai dynamique DTD

Une modification a été apportée au modèle Abaqus Explicit du Dispositif de Traction Dynamique (DTD), se concentrant exclusivement sur la zone des mors, tandis que le reste du modèle demeure inchangé en termes de modélisations. Cette adaptation est illustrée dans la Figure 270. Les mors ont été remodelés en suivant la même méthodologie que précédemment, utilisant des éléments 3D à intégration réduite tels que le C3D6 et le C3D8R. Les fixations, qui assurent la liaison entre les plaques de fermeture et les mors, sont représentées par des éléments de type connecteur CON3D2, avec une modélisation du pré-serrage. Cette approche vise à reproduire le plus fidèlement possible les conditions des essais physiques.

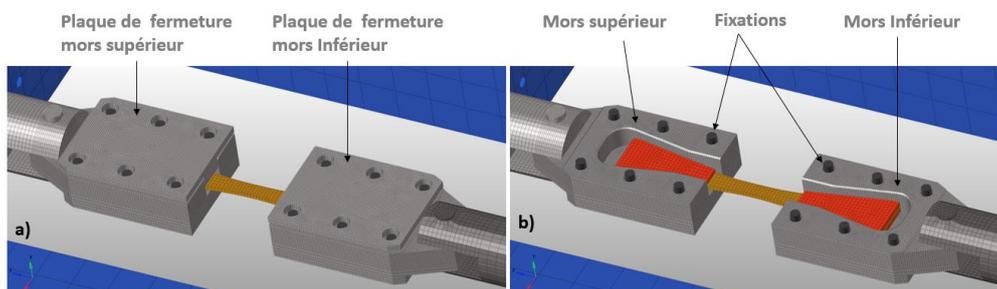


Figure 270 (a) Modèle Abaqus Explicit des nouveaux mors du DTD et (b) avec plaques de fermetures cachées

En outre, en raison de la rigidité significative des composites à fibres de basalte et des niveaux d'effort élevés atteints lors des essais sur le montage à double cadre, dont le système de mors n'est pas optimisé pour ce niveau d'effort, des glissements importants des éprouvettes ont également été observés. Par conséquent, il n'a pas été possible d'obtenir des résultats exploitables pour la

caractérisation dynamique des composites à fibres de basalte sur le montage à double cadre. Seuls les résultats des essais effectués sur le dispositif DTD sont donc présentés ici.

### VIII.3.1.3.1. Composite Basalte/ELIUM

Quatre éprouvettes d'une largeur de 8 mm ont été testées. Malgré l'utilisation des nouveaux mors, deux des quatre éprouvettes ont présenté des décollements de talons dès le début de l'essai, rendant impossible l'analyse des courbes et l'extraction des propriétés mécaniques. Cependant, avec les deux éprouvettes restantes, des glissements dans les nouveaux mors ont été observés, mais pas dès le début, permettant ainsi l'exploitation des premières portions des courbes avant l'apparition de ce phénomène parasite. Ces courbes sont présentées de manière détaillée sur la Figure 271a et la Figure 271b. Sur ces segments de courbes, les vitesses de déformation mesurées étaient de  $69 \text{ s}^{-1}$  et  $74 \text{ s}^{-1}$  pour les deux essais valides. En référence aux essais statiques, les modules d'Young affichent une valeur moyenne de 32 996 MPa, tandis que pour les essais quasi-statiques, le module d'Young moyen estimé s'élève à 34 782 MPa, représentant une augmentation d'environ 5%. Au cours de cette campagne dynamique rapide, le module utilisé dans les simulations numériques afin de mieux corréliser les courbes temporelles du capteur d'effort et de l'extensomètre est de 37 500 MPa, correspondant à une augmentation de 14% par rapport aux mesures effectuées en statique. Cette augmentation est proche de la tendance observée à l'augmentation de 11% du module d'Young à un taux de déformation de  $100 \text{ s}^{-1}$  selon les prédictions réalisées suite aux essais en DMA. En raison de la complexité des phénomènes de glissement, la contrainte à la rupture n'a pas pu être identifiée lors des simulations numériques, limitant ainsi l'identification uniquement au module d'élasticité des composites Basalte/ELIUM.

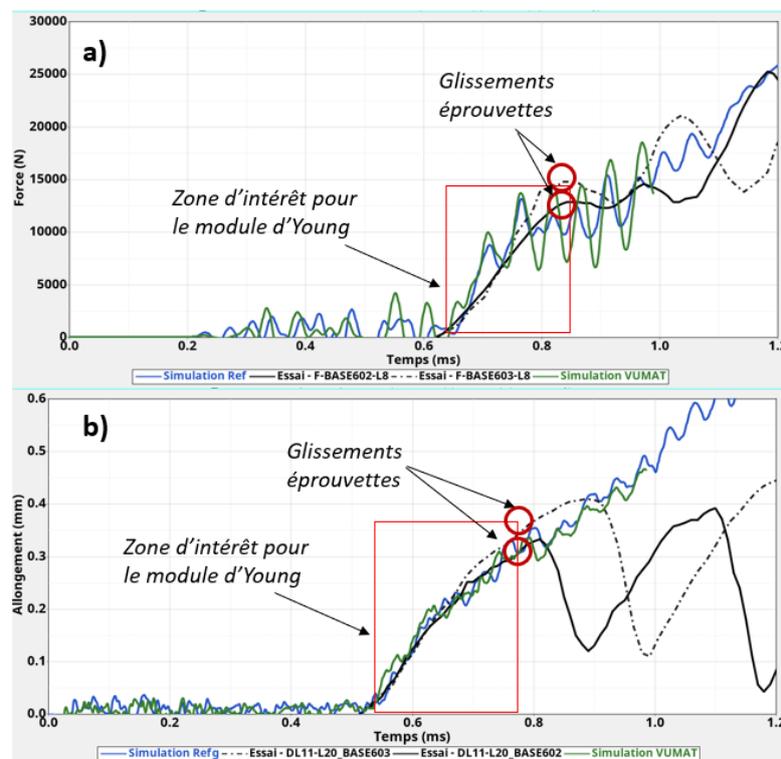


Figure 271 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/ELIUM  $[0^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Les deux éprouvettes composites Basalte/ELIUM ont manifesté des ruptures au centre, comme illustré sur la Figure 272. Cela met en évidence que le design spécifique des éprouvettes de 8 mm de largeur favorise une localisation optimale de l'initiation de l'endommagement et des ruptures.



Figure 272 Modes de ruptures des composites Basalte/ELIUM  $[0^\circ]_8$  pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $69 \text{ s}^{-1}$  et  $74 \text{ s}^{-1}$

#### VIII.3.1.3.2. Composite Basalte/PA11

Trois éprouvettes de 8 mm de largeur ont été utilisées pour caractériser le composite constitué de renfort de basalte et de matrice PA11, comportant 8 plis orientés à  $0^\circ$ . Au cours de cette campagne expérimentale, des précautions accrues ont été prises pour éviter le décollement des talons, en appliquant un couple de serrage plus important et plus précis avec l'aide d'une clé dynamométrique. Malgré ces améliorations, des phénomènes de glissement des éprouvettes sont apparus de manière régulière, un défi difficile à contourner lors d'essais dynamiques en raison de l'impossibilité de parfaire le calage de l'éprouvette malgré toutes les précautions minutieuses.

Au cours des essais avec les trois éprouvettes, les vitesses de déformation mesurées au début des courbes des extensomètres virtuels, avant l'apparition des glissements, étaient de  $50 \text{ s}^{-1}$ ,  $68 \text{ s}^{-1}$  et  $71 \text{ s}^{-1}$ . Comme pour les éprouvettes de basalte/PA11, l'extraction des propriétés mécaniques repose sur la partie initiale des courbes expérimentales avant le début des glissements, comme représenté dans les zones spécifiées sur la Figure 273a et la Figure 273b. Lors de la simulation utilisant la loi VUMAT, une rupture a été ajustée pour se produire juste après le début du glissement de l'éprouvette BASP601 (trait plein noir Figure 273b), soit environ 1 milliseconde après le début de la simulation. Une certaine dispersion est observée sur les courbes d'efforts des trois éprouvettes, principalement après l'apparition des glissements. Toutefois, la pente initiale, sur laquelle repose l'identification du module d'élasticité, semble assez reproductible pour les trois échantillons, même si l'éprouvette BASP600 (trait « tiret-point » noir Figure 273b) présente un léger écart en termes d'allongements. Cependant, compte tenu de l'échelle des allongements, qui est très petite, cet écart visuel d'environ 0.1 mm est négligeable. Après quelques itérations, l'utilisation d'un module d'Young de 35 000 MPa permet de s'approcher de manière satisfaisante des signaux expérimentaux, du moins sur le début des courbes. Cette valeur de module doit être contextualisée par rapport à celui mesuré dans les essais statiques, affichant une variabilité entre 26 219 MPa et 29 266 MPa. Dans les essais quasi-statiques, le module d'Young moyen était estimé à 32 601 MPa. Le module d'Young en dynamique se situe donc relativement proche de celui obtenu avec la résine ELIUM, ce qui est cohérent étant donné que l'influence du polymère est négligeable par rapport au module des fibres, qui est nettement supérieur et exerce donc une influence prédominante sur celui des composites à base de fibres de basalte.

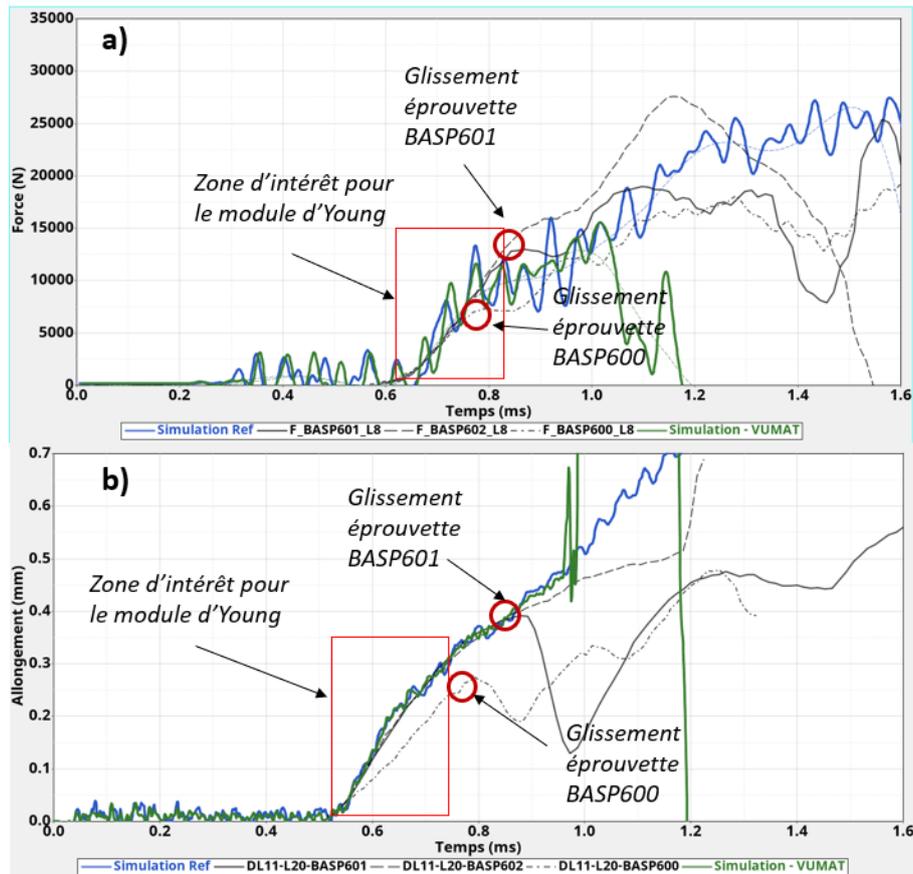


Figure 273 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11  $[0^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=20\text{mm}$ )

Les modes de rupture se manifestent de manière très similaire sur les trois éprouvettes testées, avec une fois de plus des ruptures localisées au centre des échantillons, comme illustré sur la Figure 274. Cela indique une forme d'éprouvette qui permet d'induire des localisations de dommage au cœur des échantillons.



Figure 274 Modes de ruptures des composites Basalte/PA11  $[0^\circ]_8$  pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $69\text{ s}^{-1}$  et  $74\text{ s}^{-1}$

### VIII.3.1.4. Bilan des essais dynamiques sur les composites à 0°

Avant d'explorer en détail les résultats des essais de caractérisation dynamique sur tours de chute des composites constitués de drapage à  $\pm 45^\circ$  et d'autres avec des plis à  $90^\circ$ , il est primordial de dresser un bilan des caractérisations des composites comportant des plis à  $0^\circ$ , en prenant en compte les données issues des campagnes expérimentales statiques, quasi-statiques, ainsi que des essais dynamiques précédemment présentés dans ce paragraphe. Les résultats des composites comportant 8 plis à  $0^\circ$  sont synthétisés dans le tableau de la Figure 275, illustrant l'évolution du module d'élasticité longitudinal  $E_1$  dans la direction des fibres du stratifié.

Les tests de caractérisation ont révélé que les propriétés mécaniques, notamment les modules  $E_1$ , ont présenté un plateau, voire une légère diminution, pour les composites renforcés de fibres végétales avec la matrice PA11, tandis qu'une légère augmentation a été observée pour ceux avec la résine ELIUM. Cette augmentation plus prononcée avec la résine ELIUM découle de sa sensibilité accrue, comme démontré lors des travaux de caractérisation des résines par DMA ou avec des machines de caractérisation classiques dans les paragraphes précédents, où le polymère PA11 a montré peu d'évolution de son module d'Young pour sa partie élastique, une partie de la loi de comportement du polymère principalement sollicitée avec ces stratifiés à  $0^\circ$ , qui présentent une faible déformation à la rupture en raison de leur comportement de type élastique fragile. Il est également important de noter qu'il y a eu une légère augmentation des modules entre les sollicitations statiques et quasi-statiques pour les composites à renforts végétaux, avant d'observer une diminution des propriétés lors des sollicitations dépassant  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , indiquant un comportement mécanique distinct de ces composites à renforts de lin ou de bambou sous des sollicitations plus rapides. Cependant, il convient de noter que la variabilité significative dans les propriétés des fibres naturelles utilisées dans l'étude devrait inciter à la prudence concernant cette observation. Néanmoins, il semble évident que les composites de fibres végétales étudiés ici semblent être peu ou pas sensibles au taux de déformation sur l'évolution du module d'élasticité longitudinal avec ce type de stratifié. En revanche, les composites renforcés de fibres de basalte ont montré une sensibilité plus prononcée au taux de déformation, avec des augmentations respectives de 14% et 24% du module  $E_1$  avec les résines ELIUM et PA11.

Composites	$E_1^{Statique}$	$E_1^{Quasi-statique}$	$E_1^{Dynamique}$	Coeff. Statique -> Dynamique
<b>Bambou/ELIUM</b>	9680	10941	10000	<b>1.03</b>
<b>Bambou/PA11</b>	12467	No data	12000	<b>0.96</b>
<b>Lin/ELIUM</b>	10798	12703	12000	<b>1.11</b>
<b>Lin/PA11</b>	16507	17663	16000	<b>0.97</b>
<b>Basalte/ELIUM</b>	32996	34782	37500	<b>1.14</b>
<b>Basalte/PA11</b>	28124	32601	35000	<b>1.24</b>

Figure 275 Evolution du module d'élasticité  $E_1$  (Mpa) longitudinal des composites  $[0^\circ]_8$  de la statique à la dynamique

Après avoir examiné l'évolution du module d'élasticité  $E_1$  des composites composés de 8 plis à  $0^\circ$ , il est également pertinent d'analyser la variation de la contrainte de rupture de ces matériaux. Les résultats relatifs à cette évolution de la contrainte maximale sont présentés dans le tableau de la Figure 276, qui vise à illustrer les variations des contraintes de rupture des composites de la statique à la dynamique, en passant par les résultats quasi-statiques intermédiaires. Conformément aux observations de la littérature sur le comportement des stratifiés à  $0^\circ$ , la tendance générale est à une augmentation de la contrainte de rupture de ces composites avec l'augmentation des vitesses de

sollicitation. Cette tendance est confirmée pour les composites à base de ruban de bambou, notamment les composites Bambou/ELIUM, malgré la variabilité des mesures observée en statique et quasi-statique. Elle est également observée pour les éprouvettes composites Bambou/PA11 issues de la plaque n°2 qui a servi aux essais statiques et dynamiques. En revanche, les composites à base de fibres techniques de lin ont montré une diminution des contraintes maximales entre le quasi-statique et la dynamique, un phénomène déjà observé sur le module longitudinal des composites à renforts de lin, alors que cette contrainte maximale semble augmenter sensiblement jusqu'à la sollicitation quasi-statique. Les données de contraintes de rupture pour les composites à base de fibres de basalte ne sont pas disponibles en dynamique en raison des glissements des éprouvettes lors des essais sur les tours de chute, ce qui rend complexe l'identification des contraintes de rupture pour les vitesses de déformation plus élevées. Cependant, en se basant sur l'augmentation des contraintes de rupture observée pour ces composites à base de fibres de basalte entre les sollicitations statiques et quasi-statiques, ainsi que sur l'évolution des modules d'Young en fonction du strain rate, il semble probable que les contraintes de rupture de ces composites en dynamique continuent d'augmenter.

Composites	$\sigma_{max 11}^{Statique}$	$\sigma_{max 11}^{Quasi-statique}$	$\sigma_{max 11}^{Dynamique}$
<b>Bambou/ELIUM</b>	95 à 125	133 à 162	170
<b>Bambou/PA11</b>	153 à 163	No data	180
<b>Lin/ELIUM</b>	215	260	210
<b>Lin/PA11</b>	No data	340	300
<b>Basalte/ELIUM</b>	794 à 884	916 à 976	No data
<b>Basalte/PA11</b>	560 à 678	825 à 863	No data

Figure 276 Evolution de la contrainte à la rupture  $\sigma_{max 11}$ (Mpa) des composites  $[0^\circ]_8$  de la statique à la dynamique

Les valeurs de déformation maximale dynamique sont extraites des courbes temporelles expérimentales des extensomètres virtuels, puis comparées aux valeurs observées lors des essais statiques et quasi-statiques, le tout étant synthétisé dans le tableau de la Figure 277. Pour les composites renforcés de bambou, aucune différence notable n'est observée en termes d'allongement à la rupture sur les trois vitesses de sollicitation utilisées, avec des valeurs stables aussi bien pour la résine ELIUM que pour la matrice PA11. En revanche, les composites à base de lin présentent des déformations maximales similaires en statique et en quasi-statique, autour de 2,1%, avec les deux polymères, avant de diminuer lors des sollicitations dynamiques. Quant aux composites renforcés de fibres de basalte, ils tendent à afficher des allongements d'environ 3% quelle que soit la vitesse de déformation atteinte, avec une légère diminution probable de leurs capacités d'allongement en dynamique avec la matrice PA11.

Composites	$\epsilon_{max 11}^{Statique}$	$\epsilon_{max 11}^{Quasi-statique}$	$\epsilon_{max 11}^{Dynamique}$
<b>Bambou/ELIUM</b>	1.2 à 1.6	1.3 à 1.6	1.3 à 1.8
<b>Bambou/PA11</b>	1.1 à 1.3	No data	1.0 à 1.2
<b>Lin/ELIUM</b>	2.1	2.1	1.7 à 1.9
<b>Lin/PA11</b>	No data	2.1	1.6
<b>Basalte/ELIUM</b>	2.7 à 3.1	2.9 à 3.2	No data
<b>Basalte/PA11</b>	2.5 à 3.8	2.9 à 3.1	2.4 à 3.0

Figure 277 Evolution de la déformation à la rupture  $\epsilon_{max 11}$ (%) des composites  $[0^\circ]_8$  de la statique à la dynamique

### VIII.3.2. Composites 8 plis à 90°

Au cours de la récente campagne d'essais dynamiques rapides sur le dispositif DTD, visant notamment à tester et valider le nouveau système de mors pour minimiser les glissements et les décollements des talons sur les éprouvettes de basalte, composées de 8 plis à 0°, nous avons prélevé quelques échantillons dans la même plaque mais avec une orientation à 90° afin d'évaluer les modules dans le sens transversal des plaques à base de fibres techniques de basalte. Ainsi, seuls les composites Basalte/ELIUM et Basalte/PA11 ont été testés avec ce type de stratification à 90°, les échantillons étant identiques à ceux présentés sur la Figure 199 mais avec une largeur de 14 mm pour augmenter les efforts mesurés et se positionner dans une plage de mesure adaptée à la cellule d'essai de 120 kN.

#### VIII.3.2.1. Composite Basalte/ELIUM

Deux éprouvettes ont été prélevées dans la plaque du composite Basalte/ELIUM d'une épaisseur de 2,25 mm. Malheureusement, un seul essai a pu être exploité en raison d'un problème de déclenchement de la caméra lors du second essai. La vitesse de déformation obtenue lors de cet essai était de 138 s<sup>-1</sup>. Comme le démontrent les courbes expérimentales illustrées dans la Figure 278a et la Figure 278b, les formes des courbes sont monotones et croissantes jusqu'à la rupture, indiquant l'absence de glissement ou de rupture contrairement aux essais avec des drapages à 0°. Cela confirme la nécessité d'ajuster les dimensions des éprouvettes sur le DTD pour éviter d'être trop rigide et ainsi prévenir ces phénomènes parasites, tout en conservant une rigidité suffisante pour rester dans la plage de mesure préférentielle du capteur d'effort. Après plusieurs itérations, un module transversal du composite à 4500 Mpa avec une contrainte à la rupture de 200 Mpa permet pour obtenir une corrélation satisfaisante, comme en témoignent la Figure 278a et la Figure 278b.

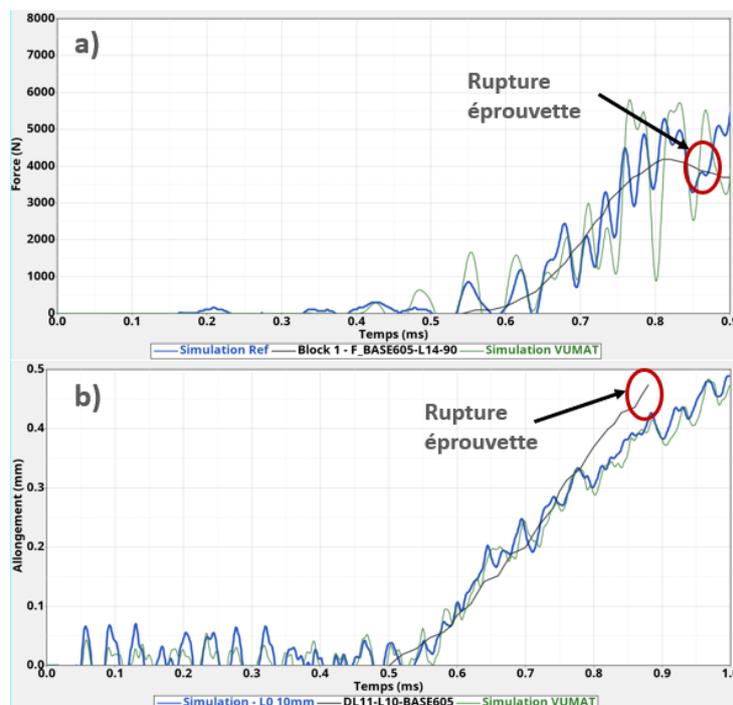


Figure 278 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/ELIUM [90°]<sub>8</sub> avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre (L<sub>0</sub>=10mm)

Comme illustré dans la Figure 279, la rupture de l'éprouvette présente un léger décalage par rapport au centre du spécimen. L'éprouvette de largeur 14 mm à une section quasi constante sur toute sa longueur ce qui ne permet pas une localisation précise de l'endommagement dans la zone centrale où se trouve l'extensomètre virtuel. Cela pourrait expliquer certains écarts entre la simulation numérique et l'essai physique en termes de mesure de l'allongement, car l'endommagement peut survenir en dehors des marqueurs initialement prévus.



Figure 279 Mode de rupture du composite Basalte/ELIUM  $[90^\circ]_8$  pour une vitesse de déformation de  $138 \text{ s}^{-1}$

### VIII.3.2.2. Composite Basalte/PA11

Deux éprouvettes d'une épaisseur de 1.90 mm ont été utilisées pour évaluer le module transversal du composite basalte/PA11  $[90^\circ]_8$ , avec des vitesses de déformation mesurées à  $111 \text{ s}^{-1}$  et  $125 \text{ s}^{-1}$ . Comme le montrent la Figure 280a et la Figure 280b, les résultats des deux essais ont été très similaires, que ce soit en termes de signaux provenant de la cellule d'effort ou des extensomètres virtuels. L'itération effectuée avec un module transversal de 5500 MPa et une contrainte à la rupture de 210 MPa permet de reproduire les signaux expérimentaux de manière assez fidèle.

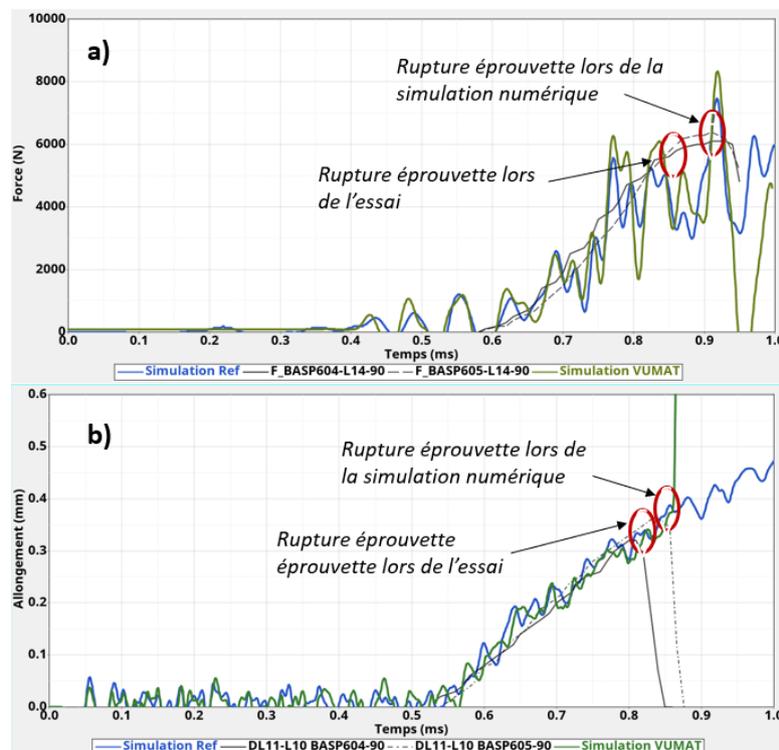


Figure 280 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11  $[90^\circ]_8$  avec le dispositif DTD, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle de l'extensomètre ( $L_0=10 \text{ mm}$ )

Les deux éprouvettes ont présenté des similarités dans les signaux mesurés lors des deux essais. Ces similitudes se reflètent également dans les modes de rupture identiques, avec des ruptures localisées juste après les talons de fibres de verre, comme illustré sur la Figure 281.



Figure 281 Modes de ruptures des composites Basalte/PA11 [90°]<sub>8</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 111 s<sup>-1</sup> et 125 s<sup>-1</sup>

### VIII.3.2.3. Bilan des essais dynamiques sur les composites à 90°

En conclusion de ces essais sur les composites constitués de 8 plis de renforts de basalte à 90°, il est intéressant de comparer les estimations du module transversal obtenues par la méthode d'identification inverse à celles dérivées de l'approche de la loi des mélanges. Dans ce type de stratifié, le comportement peut être assimilé à l'utilisation de deux ressorts en série, contrairement aux deux ressorts en parallèle utilisés lors des approximations par la loi des mélanges pour les composites testés avec des plis orientés à 0°. Ainsi, la formule de la loi des mélanges pour évaluer le module transversal  $E_2$  de ces composites est :

$$E_2 = \frac{E_f E_m}{V_f E_m + (1 - V_f) E_f}$$

Où  $E_f$ ,  $V_f$  et  $E_m$  représentent respectivement le module d'élasticité des fibres, le taux volumique de fibre et le module d'élasticité de la matrice.

Les bilans tirés des précédents essais de caractérisation statique des constituants fournissent une base pour identifier ce module transversal via la loi des mélanges. Pour rappel, les modules d'Young des fibres techniques de basalte en statique se situent autour de 75 000 MPa, tandis que le module de la résine ELIUM 188 XO est de 3300 MPa, avec un taux volumique de fibre dans la plaque de 0.52. Cette configuration suggère un module transversal de l'ordre de 6562 MPa. En appliquant cette loi des mélanges et en tenant compte des caractéristiques dynamiques des constituants, le module transversal est de 10 746 MPa. Cependant, l'estimation effectuée sur ce composite Basalte/ELIUM a identifié un module d'Young de 4500 MPa, bien inférieur aux valeurs théoriques issues de la loi des mélanges, qu'elles soient basées sur les propriétés statiques ou dynamiques des constituants.

En utilisant la même méthodologie pour les composites Basalte/PA11, une estimation basée sur les valeurs statiques des constituants, avec un taux volumique de 0.47, donne un module transversal de 2598 MPa. Avec les propriétés des constituants mesurées en dynamique rapide, cette valeur est de 3245 MPa. La tendance observée est donc inverse par rapport au composite Basalte/ELIUM. En effet, pour les composites Basalte/PA11, le module transversal identifié lors des essais dynamiques sur la tour de chute est de 5500 MPa, supérieur aux estimations de la loi des mélanges, qu'elles soient basées sur les propriétés statiques ou dynamiques de la fibre et du polymère.

Il convient de rappeler que les fibres de basalte ont été fournies avec un ensimage IS59, favorisant une bonne adhésion de ces fibres aux matrices polyamides, ce qui pourrait en partie expliquer ces résultats avec le polymère PA11.

### **VIII.3.3. Composites 8 plis à $\pm 45^\circ$**

Les essais sur les composites constitués de 8 plis orientés à  $\pm 45^\circ$  ont révélé, comme en témoignent les résultats statiques et quasi statiques dans le chapitre V.3.2.1 un comportement non linéaire souvent assimilable à une pseudo-plasticité. Étant donné que le solveur Abaqus Explicit ne dispose pas nativement d'une loi permettant de prendre en compte ce phénomène pour se rapprocher le plus possible des observations expérimentales, la loi utilisateur VUMAT a été employée. Les coefficients utilisés pour les corrélations avec la VUMAT loi matériau sont les propriétés dynamiques observées lors des campagnes expérimentales pour les directions longitudinales et transversales. Quant aux paramètres du cisaillement intralaminare que nous cherchons principalement à identifier ici, ils sont issus de projections basées sur les mesures statiques, quasi statiques et les vitesses de déformations mesurées lors des essais dynamiques. Lors de ces itérations les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation sont figés et les paramètres liés à l'endommagement et à la rupture ont des valeurs volontairement conséquentes car nous nous concentrons principalement sur la corrélation des premières parties des signaux expérimentaux, notamment la partie élastique, la limite d'élasticité et le début de la courbe de plasticité.

Les essais de caractérisation de ces composites ont été réalisés sur le montage double cadre avec un impacteur de 8 kg et une vitesse d'impact de 3 m/s, tandis que les efforts sont mesurés à l'aide d'un capteur HBM U9C 50 KN. La simulation numérique utilisée reste identique en termes de modélisation à celle présentée dans le chapitre VI.3.2.2, seule la carte matériau est modifiée et correspond dorénavant à la loi utilisateur VUMAT.

#### **VIII.3.3.1. Composites renforcés de ruban de bambou**

Deux échantillons ont été utilisés pour caractériser les composites Bambou/ELIUM avec un drapage  $[(45/-45)_2]_s$ , les vitesses de déformation mesurées dans le sens longitudinal se situaient entre 52 s<sup>-1</sup> et 54 s<sup>-1</sup>. Les comparaisons entre les courbes expérimentales et les courbes issues des simulations numériques sont proposées sur la Figure 282 . En statique, le module de cisaillement était évalué à 1989 MPa, avec une limite élastique estimée à 5.9 MPa, tandis qu'en quasi-statique, le module de cisaillement augmentait à 2441 MPa, avec une limite élastique de 6.9 MPa. Ces éprouvettes ont été les premières à être testées lors de la campagne de caractérisation des composites avec cette orientation de plis, et elles étaient initialement munies d'une peinture blanche pour obtenir un contraste plus net avec les marqueurs. Cependant, les importants allongements ont

rapidement entraîné le décollement de la peinture et la perte des marqueurs, rendant ainsi inutilisables les données des extensomètres pour ces composites. Pour les essais suivants impliquant d'autres composites, des marqueurs directement dessinés sur les éprouvettes seront utilisés sans nécessité de peinture blanche préalable, évitant ainsi ce problème. Seules les données temporelles du capteur ont été exploitées pour déterminer les paramètres de caractérisation en cisaillement plan de ce composite. Après plusieurs itérations, les paramètres suivants ont été déterminés pour reproduire le signal de la cellule de force :

$$G_{12}=4400 \text{ Mpa}, \sigma_{y 12}= 8.8 \text{ Mpa}, Q_{12}=149 \text{ Mpa} \text{ et } \beta_{12}=0.502$$

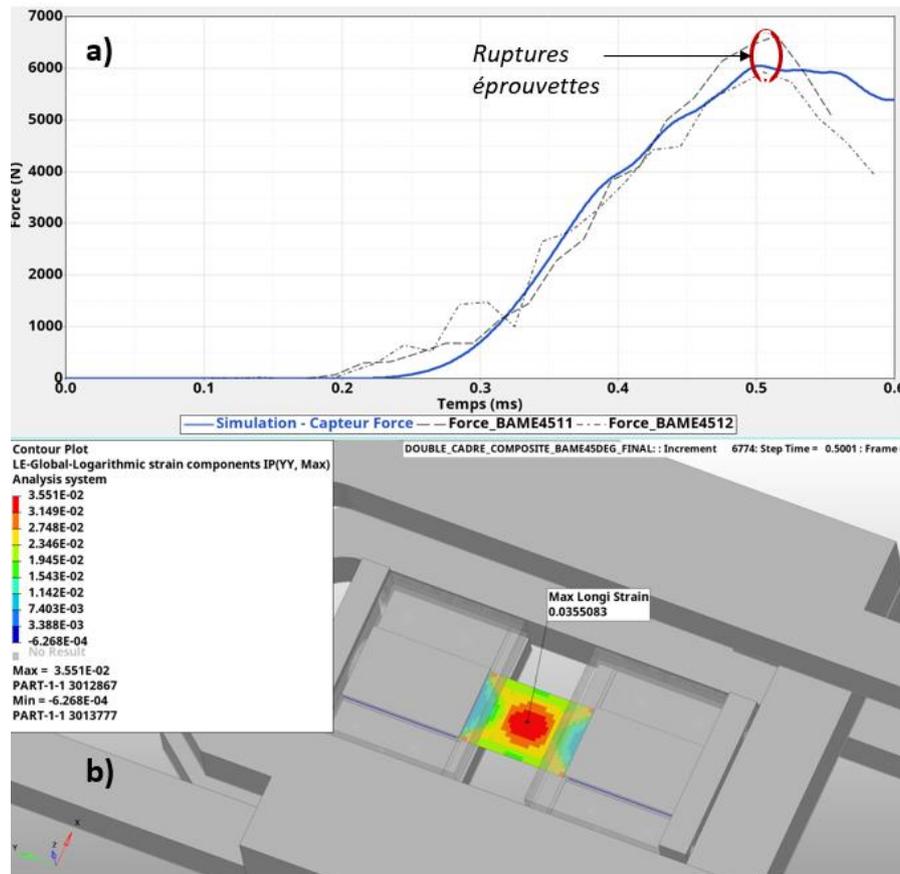


Figure 282 (a) comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques du capteur d'effort des essais dynamiques rapides des composites Bambou/ELIUM [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> sur le montage double cadre et (b) champs de déformation longitudinale à t=0.5 ms

Trois éprouvettes ont permis de caractériser les composites Bambou/PA11 du point de vue des propriétés intralaminaires, avec des vitesses de déformation oscillant entre 108 s<sup>-1</sup> et 115 s<sup>-1</sup>. Il est pertinent de rappeler que les limites d'élasticité mesurées étaient de 10.8 MPa en statique et de 15.7 MPa en quasi-statique, tandis que les modules de cisaillement ont également légèrement augmenté, passant de 1396 MPa en statique à 1703 MPa en quasi-statique. Le jeu de paramètres utilisé pour obtenir une corrélation correcte (Figure 283), concernant les signaux temporels sur la première partie de l'essai est le suivant :

$$G_{12}=2500 \text{ Mpa}, \sigma_{y 12}= 17 \text{ Mpa}, Q_{12}=85 \text{ Mpa} \text{ et } \beta_{12}=0.48$$

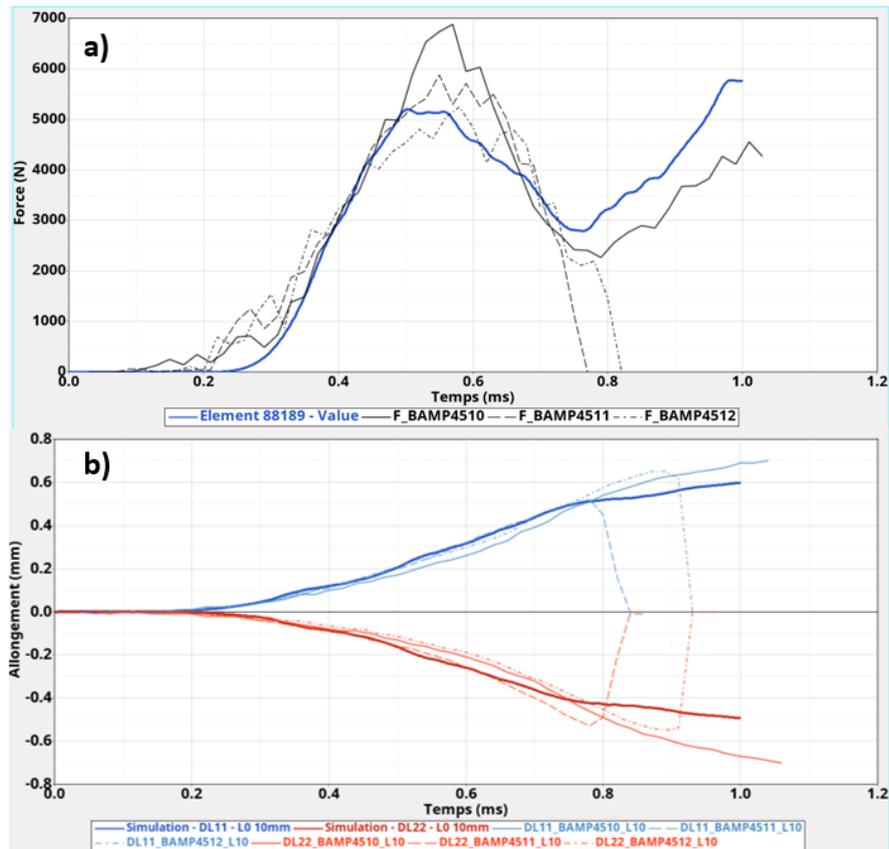


Figure 283 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Bambou/PA11 [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L<sub>0</sub>=10mm)

### VIII.3.3.2. Composites renforcés de fibres techniques de lin

Trois éprouvettes composées de renfort en fibre technique de lin orientées à 45° et de résine ELIUM ont été soumises à des tests en dynamique rapide sur le montage double cadre. Les échantillons ont une épaisseur de 3.6 mm, et les vitesses de déformation moyennes ont été évaluées en dérivant les courbes de déformation sur la partie linéaire des signaux, étant donné que la vitesse de déformation n'est jamais constante lors des essais dynamiques. Ces vitesses de déformation se situaient entre 65 s<sup>-1</sup> et 110 s<sup>-1</sup>. Il est à noter que les modules de cisaillement étaient similaires lors des essais statiques et quasi statiques, estimés à 2075 MPa, avec des limites d'élasticité estimées à 9.2 MPa et 13 MPa, respectivement, pour des sollicitations à 2 mm/min et 300 mm/min. L'identification des paramètres matériau s'est avérée délicate pour ce composite, car il a été difficile de trouver des valeurs permettant à la fois de bien reproduire les signaux d'effort et les extensomètres (Figure 284). Une corrélation satisfaisante de l'extensomètre est observable jusqu'à 0.5 ms, avant de remarquer un certain assouplissement lors des essais, un phénomène qu'il a été possible de reproduire dans une moindre mesure avec les simulations numériques. La partie plastique de la courbe nécessiterait une analyse plus approfondie, peut-être en adaptant la forme de la courbe de plasticité à partir d'un certain allongement ou alors une prise en compte d'endommagements pour une meilleure reproduction du phénomène. Les paramètres retenus pour modéliser les échantillons sont les suivants :

$$G_{12}=2100 \text{ Mpa}, \sigma_{y12}= 30.6 \text{ Mpa}, Q_{12}=78.3 \text{ Mpa} \text{ et } \beta_{12}=0.55$$

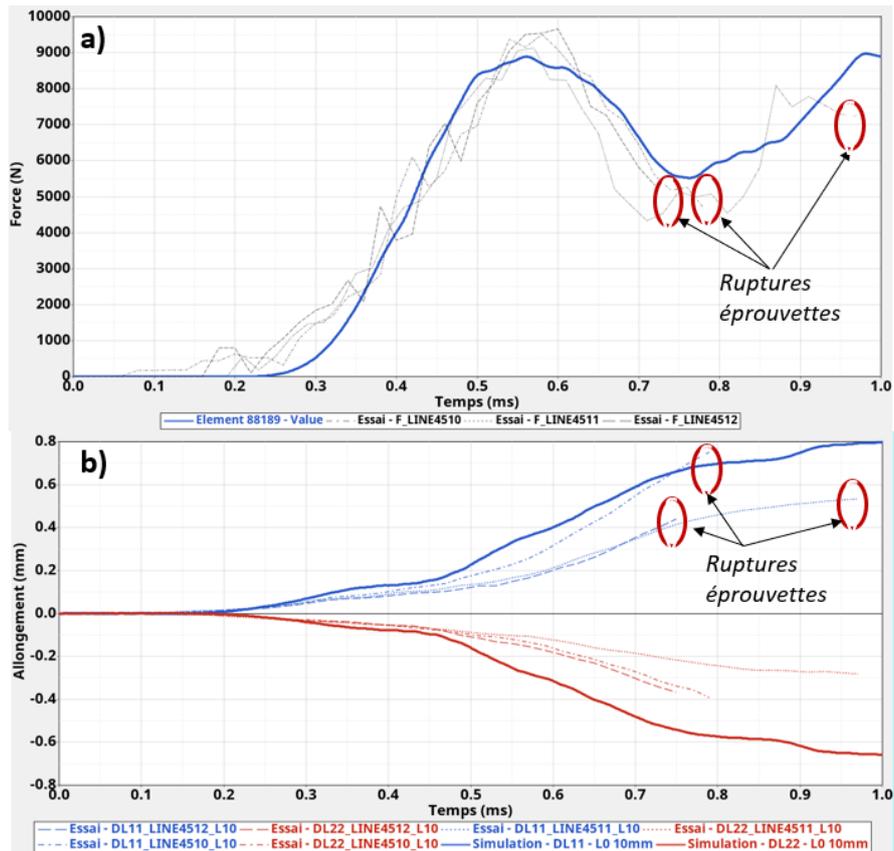


Figure 284 Comparisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/ELIUM  $[(45/-45)_2]_S$  avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres ( $L_0=10\text{mm}$ )

Les trois éprouvettes constituées de lin et d'ELIUM ont montré un mode de rupture similaire et relativement central, comme le met en évidence la Figure 285. Il n'y a pas de striction prononcée ni de rétrécissement visible, ce qui indique une rupture assez rapide, comme en témoignent les allongements maximums mesurés d'environ 0,4 mm, correspondant à une déformation à la rupture de 4 %. Ceci semble cohérent avec le comportement plutôt fragile de la résine ELIUM, qui influence principalement le comportement et la rupture du composite.

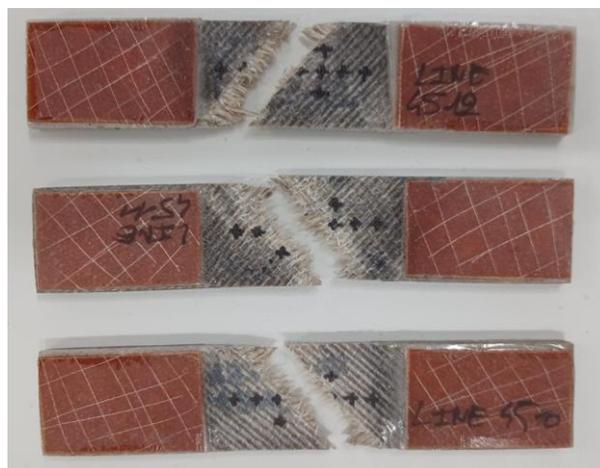


Figure 285 Modes de ruptures des composites Lin/ELIUM  $[(45/-45)_2]_S$  pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre  $65\text{ s}^{-1}$  et  $110\text{ s}^{-1}$

Quatre éprouvettes constituées de lin/PA11 avec des plis à 45° ont été soumises à des essais en dynamique rapide sur le montage double cadre, présentant une épaisseur de 2.45 mm. Les vitesses de déformation moyennes enregistrées pendant ces essais variaient entre 90 s<sup>-1</sup> et 127 s<sup>-1</sup>. Lors des essais de caractérisation à des vitesses plus faibles, le module de cisaillement a été estimé à environ 1915 MPa, une valeur similaire à celle obtenue lors des essais à des vitesses de 2 mm/min et 300 mm/min. L'effet de la vitesse de déformation était plus perceptible sur la partie plastique des courbes, avec des limites d'élasticité mesurées à 12.8 MPa en statique et 15.7 MPa en quasi-statique. Une comparaison entre les signaux expérimentaux et numériques, illustrée dans la Figure 286a et la Figure 286b, a révélé une corrélation satisfaisante après plusieurs itérations sur les différents paramètres des matériaux. La dernière itération, correspondant aux résultats présentés ci-dessous, a permis d'identifier les valeurs suivantes :

$$G_{12}=1850 \text{ Mpa}, \sigma_{y12}= 25.4 \text{ Mpa}, Q_{12}=40.4 \text{ Mpa} \text{ et } \beta_{12}=0.54$$

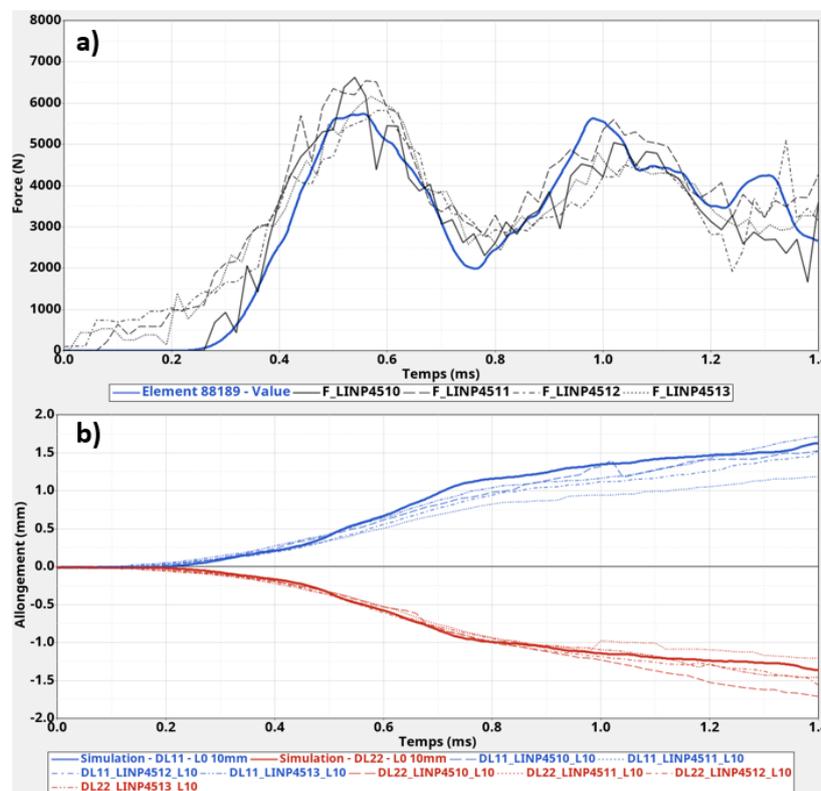


Figure 286 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Lin/PA11 [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L<sub>0</sub>=10mm)

La photographie des quatre éprouvettes testées, illustrée sur la Figure 287, révèle un mode de rupture uniforme, caractérisé par une zone centrale très déformée après le retour élastique, témoignant ainsi de déformations importantes, notamment en raison des qualités d'allongement élevées du PA11. Les ruptures se sont produites plutôt près des talons lors des quatre essais, plutôt que dans la zone centrale des échantillons.

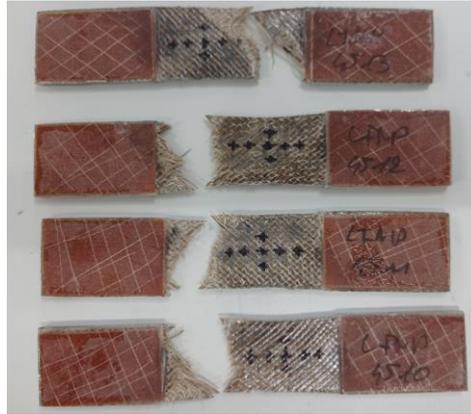


Figure 287 Modes de ruptures des composites Lin/PA11 [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 90 s<sup>-1</sup> et 127 s<sup>-1</sup>

### VIII.3.3.3. Composites renforcés de fibres techniques de basalte

Deux éprouvettes composées de fibres techniques de basalte et de résine ELIUM ont été utilisées pour caractériser ce composite en dynamique rapide. Ces essais ont été réalisés avec des vitesses de déformation mesurées à 108 s<sup>-1</sup> et 129 s<sup>-1</sup>. Lors des caractérisations effectuées à des vitesses plus basses, les modules de cisailement ont été estimés à 3659 MPa à 2 mm/min et à 4670 MPa à 300 mm/min, tandis que les limites élastiques ont été identifiées à 11,7 MPa en statique et à 13,6 MPa en quasi-statique. Les paramètres de la VUMAT utilisés dans l'itération qui a permis de reproduire les courbes de la cellule d'effort et des extensomètres avec un bon compromis, comme illustré sur la Figure 288a et la Figure 288b, sont les suivants :

$$G_{12}=4500 \text{ Mpa}, \sigma_{y12}=17.5 \text{ Mpa}, Q_{12}=87.4 \text{ Mpa} \text{ et } \beta_{12}=0.55$$

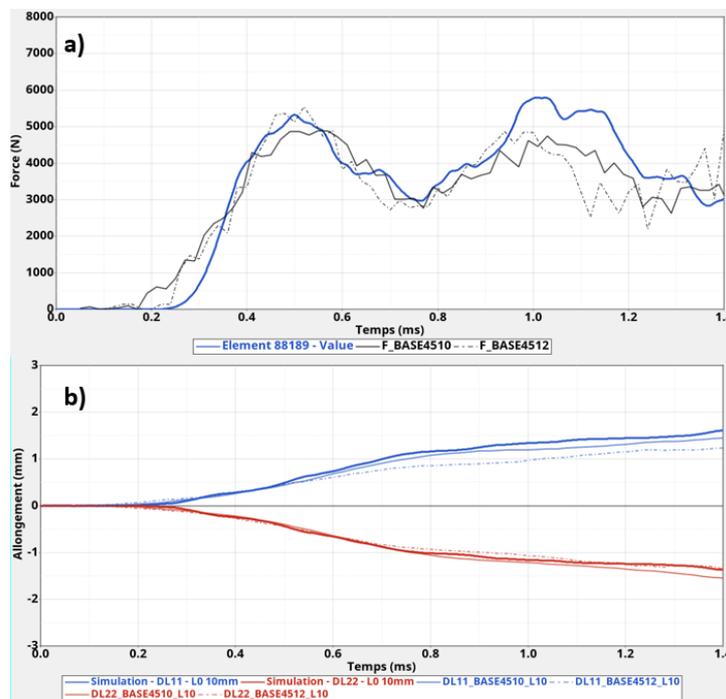


Figure 288 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/ELIUM [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L<sub>0</sub>=10mm)

Les deux éprouvettes ont initié la rupture de manière très similaire et centrée, comme on peut le voir sur la Figure 289, où une déformation longitudinale et transversale importante est perceptible lors des deux essais, comme confirmé par les allongements significatifs sur les signaux des extensomètres de la Figure 288b, même si les courbes ne sont pas ici tracées jusqu'à la rupture. Les allongements à la rupture sont d'environ 2,5 mm, ce qui correspond à une déformation maximale d'environ 25 %, un chiffre substantiel pour un composite à base de résine ELIUM. En effet, les composites à 45° utilisant cette résine et des fibres techniques de lin avaient des ruptures se produisant avec des déformations moyennes de 6 %, ce qui suggère que les fibres et les interfaces fibres-matrices jouent un rôle crucial lors de sollicitations dynamiques avec ce type de stratifié. Ainsi, les composites à base de fibres de basalte et de résine ELIUM se révèlent relativement performants en termes de déformation à la rupture.



Figure 289 Modes de ruptures des composites Basalte/ELIUM [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 108 s<sup>-1</sup> et 129 s<sup>-1</sup>

Deux essais ont été réalisés avec le composite basalte/PA11 dans la configuration [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub>, avec des vitesses de déformation mesurées à 70 s<sup>-1</sup> et 99 s<sup>-1</sup>. Lors des caractérisations statiques de ce même composite, la limite élastique a été observée à 7 MPa et à 10,5 MPa pour les essais quasi statiques. Les modules dans la partie élastique linéaire sont assez similaires en valeur, avec des modules identifiés à 2191 MPa en statique et à 2579 MPa en quasi statique. La valeur du module de cisaillement en dynamique rapide, estimée par identification inverse avec la simulation explicite correspondante, est de 2490 MPa, très proche donc de celui trouvé lors des essais à 300 mm/min. Les paramètres matériau de ce composite ayant permis d'obtenir les corrélations présentées en Figure 290, sont les suivants :

$$G_{12}=2490 \text{ Mpa}, \sigma_{y12}= 17.3 \text{ Mpa}, Q_{12}=84.6 \text{ Mpa} \text{ et } \beta_{12}=0.447$$

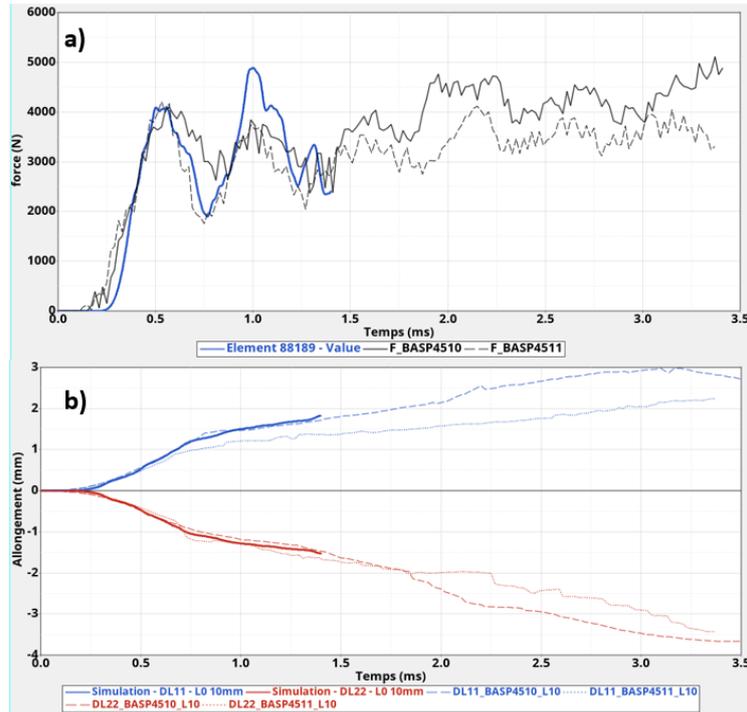


Figure 290 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques des essais dynamiques rapides sur composite Basalte/PA11 [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> avec le montage double cadre, (a) signal temporel du capteur d'effort et (b) réponse temporelle des extensomètres (L<sub>0</sub>=10mm)

Comme illustré sur la Figure 291, lors de ces deux essais, les éprouvettes n'ont pas subi de rupture. La masse de 8 kg, lancée à une vitesse de 3 m/s, n'a pas réussi à briser les échantillons, ce qui témoigne d'une grande capacité d'absorption d'énergie. En effet, les allongements des extensomètres, représentés sur la Figure 290b, atteignent des valeurs comprises entre 30 % et 40 %.

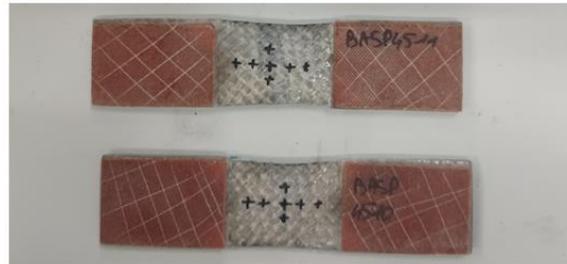


Figure 291 Modes d'endommagements des composites Basalte/PA11 [(45/-45)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> pour des vitesses de déformation moyennes comprises entre 70 s<sup>-1</sup> et 99 s<sup>-1</sup>

#### VIII.3.3.4. Bilan des essais dynamiques sur les composites ±45°

De manière similaire à l'analyse des composites à 0°, il est essentiel de faire un bilan sur l'évolution des propriétés mécaniques des composites composés de plis à ±45° en examinant leurs variations de la statique à la dynamique, en passant par le quasi-statique. Les recherches se sont principalement concentrées sur la première partie du comportement de ces stratifiés, en se penchant sur leur comportement élastique et le début de leur comportement plastique. L'étude de sensibilité des composites constitués de plis à ±45° a mis en lumière des modifications significatives dans leurs propriétés mécaniques, notamment une augmentation du module d'élasticité  $G_{12}$ , de la limite

élastique et des contraintes d'écoulement plastique. Les valeurs relatives à l'évolution du module  $G_{12}$  et de la limite élastique  $\sigma_{y12}$  sont synthétisées dans les tableaux de la Figure 292 et Figure 293.

Concernant l'évolution du module de cisaillement intralaminare, une augmentation plus marquée pour les composites à base de renfort de bambou est observée, avec des modules multipliés respectivement par 2,21 et 1,79 pour les composites Bambou/ELIUM et Bambou/PA11. Les composites à fibre technique de basalte ont également présenté une sensibilité à l'augmentation du module d'élasticité  $G_{12}$ , bien que cette augmentation soit proportionnellement moins importante que celle observée pour les composites à ruban de bambou. Par ailleurs une évolution très limitée voire inexistante des composites à base de lin en termes d'évolution du module  $G_{12}$  est remarquée, une tendance déjà observée pour le module  $E_1$  avec les composites à ce renfort et des plis à  $0^\circ$ .

Globalement, une sensibilité légèrement plus prononcée à l'augmentation du module élastique  $G_{12}$  pour les composites avec la résine ELIUM par rapport à ceux avec la matrice PA11 est observable. Dans les travaux de caractérisation des deux polymères, la résine ELIUM a montré une plus grande variation du module élastique lors des chargements dynamiques, tandis que le polymère PA11 a indiqué moins de variation dans la partie élastique mais une augmentation plus prononcée dans la partie plastique de sa courbe de comportement, comme en témoigne la sensibilité légèrement plus marquée à l'augmentation de la limite élastique pour les composites avec la résine PA11. Ces observations se retrouvent dans les composites à  $\pm 45^\circ$ , à l'exception du composite de lin/ELIUM, où le module  $G_{12}$  reste stable, contrairement à la limite élastique, qui est significativement augmentée.

Composites	$G_{12}^{Statique}$	$G_{12}^{Quasi-statique}$	$G_{12}^{Dynamique}$	Coeff. Statique -> Dynamique
<b>Bambou/ELIUM</b>	1989	2441	4400	<b>2.21</b>
<b>Bambou/PA11</b>	1396	1703	2500	<b>1.79</b>
<b>Lin/ELIUM</b>	2075	2075	2100	<b>1.01</b>
<b>Lin/PA11</b>	1915	1915	1850	<b>0.97</b>
<b>Basalte/ELIUM</b>	3659	4670	4500	<b>1.23</b>
<b>Basalte/PA11</b>	2191	2579	2490	<b>1.14</b>

Figure 292 Evolution du module  $G_{12}(Mpa)$  des composites [ $\pm 45^\circ$ ] de la statique à la dynamique

Composites	$\sigma_{y12}^{Statique}$	$\sigma_{y12}^{Statique}$	$\sigma_{y12}^{Quasi-statique}$	Coeff. Statique -> Dynamique
<b>Bambou/ELIUM</b>	5.9	6.9	8.8	<b>1.49</b>
<b>Bambou/PA11</b>	10.8	15.7	17.0	<b>1.57</b>
<b>Lin/ELIUM</b>	9.2	13.0	30.6	<b>3.32</b>
<b>Lin/PA11</b>	12.8	15.7	25.4	<b>1.98</b>
<b>Basalte/ELIUM</b>	11.7	13.6	17.5	<b>1.49</b>
<b>Basalte/PA11</b>	7.0	10.5	17.3	<b>2.47</b>

Figure 293 Evolution de la limite d'élasticité  $\sigma_{y12}(Mpa)$  des composites [ $\pm 45^\circ$ ] de la statique à la dynamique

#### VIII.4. Impacts sur composite Basalte/PA11

Afin de valider la pertinence de la loi VUMAT dans le cadre d'une autre sollicitation dynamique rapide, un essai d'impact sur une éprouvette prélevée dans une plaque de composite comportant 8 plis orientés à  $[(90/0)_2]_s$  a été effectué. Les objectifs sont de vérifier la bonne prédiction de l'essai d'impact grâce au modèle avec la loi utilisateur, en évaluant notamment l'effet de la vitesse de déformation pour obtenir une corrélation optimale, ainsi qu'à ajuster plus précisément les paramètres associés aux variables d'endommagement pour le composite Basalte/PA11. La démarche de modélisation est identique à celle utilisée lors des simulations dynamiques sur les deux tours de chute, tant en ce qui concerne le type et la dimension des éléments que les lois matériaux appliquées. Elle consiste à utiliser des éléments Shell avec une approche homogénéisée, où un seul élément coque est utilisé dans l'épaisseur pour représenter l'ensemble des 8 plis, la séquence de drapage étant définie dans la carte de propriété de l'éprouvette. Conscients des limitations de cette approche macroscopique en termes de prédiction des phénomènes de délaminage et disposant d'une quantité matériau restant limitée dans la plaque du composite Basalte/PA11, il a été décidé de réaliser un essai avec une énergie modérée, soit environ 4 Joules. Cette modélisation permet d'obtenir une réponse globale à l'impact, car il n'est pas possible de représenter les dommages locaux, notamment entre les plis, à cette échelle. En effet, la modélisation à cette échelle est trop grossière pour décrire les dommages de manière précise, et les critères de rupture implémentés dans la VUMAT sont très stricts et conservateurs afin d'assurer un dimensionnement avec un niveau élevé de sécurité. Cette échelle de modélisation a été choisie pour sa compatibilité avec les méthodes de modélisation utilisées chez Airbus, en tenant compte de la taille des modèles et des temps de calcul qui doivent rester compatibles avec les délais de conception des structures. La rupture des éléments est déclenchée lorsqu'un point d'intégration de chaque élément atteint un seuil de rupture, que ce soit dans le sens des fibres, de la matrice ou du cisaillement plan.

##### VIII.4.1. Présentation du dispositif expérimental d'impact

Le dispositif expérimental employé pour effectuer les essais d'impact sur les composites basalte/PA11 reprend le système de guidage du poids tombant du « montage double cadre », utilisé précédemment pour la caractérisation dynamique des constituants des composites et des composites à  $\pm 45^\circ$ . Ce système est présenté sur la Figure 294.

L'éprouvette à tester {5} est composée de 8 plis orientés à  $[(90/0)_2]_s$ . Le spécimen mesure 150 mm de longueur et 100 mm de largeur. Il est simplement posé, sans serrage, sur un support {6} présentant les mêmes dimensions extérieures que l'éprouvette, avec une largeur de support de 12.5 mm sur toute sa périphérie. Un poids tombant {2} de masse 2050 g, équipé d'un capteur de mesure d'effort {3}, est relié à un impacteur hémisphérique {4} d'un diamètre de 16 mm. L'ensemble est relâché d'une hauteur calculée pour générer un impact à une vitesse d'environ 2 m/s, en étant guidé le long d'un rail {1}. La vitesse est mesurée juste avant l'impact par un capteur dédié {7}.

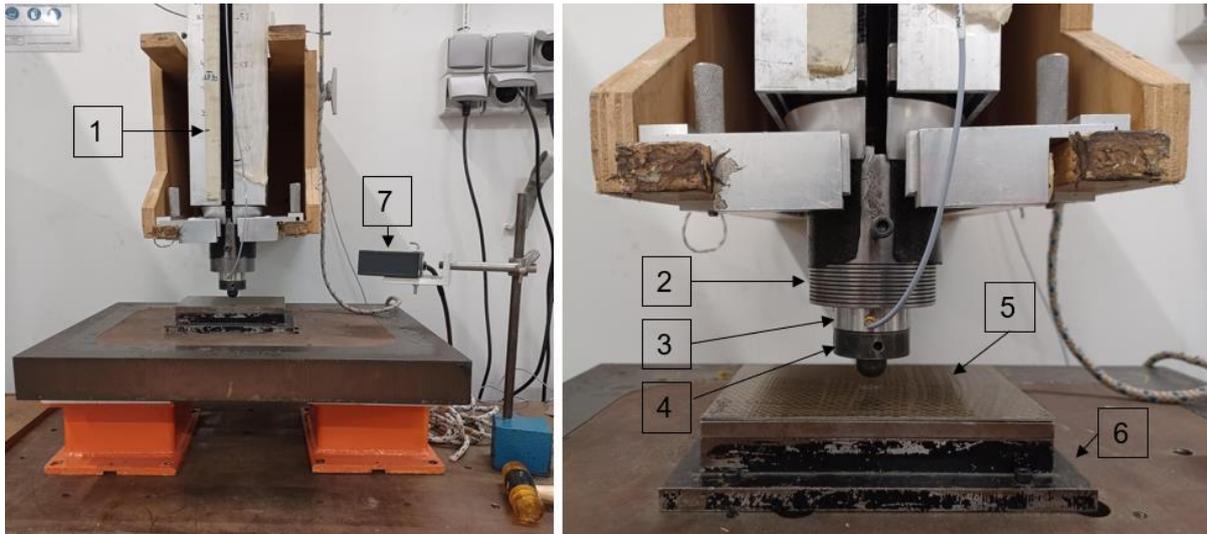


Figure 294 Présentation du moyen d'essai dynamique pour les essais d'impact

#### VIII.4.2. Modélisation de l'essai d'impact

Le modèle Abaqus Explicit correspondant à l'essai d'impact d'essai est constitué d'un poids tombant représenté par un élément rigide de type « KINEMATIC COUPLING » avec un élément de masse ponctuelle (Figure 295). L'impacteur hémisphérique reproduit fidèlement la géométrie de celui utilisé lors de l'essai et est modélisé à l'aide d'éléments volumiques à intégration réduite. Le support de l'éprouvette est également maillé avec des éléments 3D et est encasturé sur sa partie inférieure. L'éprouvette composite est représentée par des éléments coque à intégration réduite, utilisant une propriété homogénéisée pour représenter l'épaisseur totale de la plaque, avec un point d'intégration par pli et avec la loi matériau VUMAT développée dans le cadre des travaux. À cette échelle, le modèle est principalement macroscopique et ne permet pas de reproduire les phénomènes interlaminaires, pour lesquels l'utilisation d'éléments cohésifs est nécessaire. L'algorithme « General contact » est employé lors de ces simulations, la plaque composite est simplement posée sur son support pour correspondre aux conditions expérimentales.

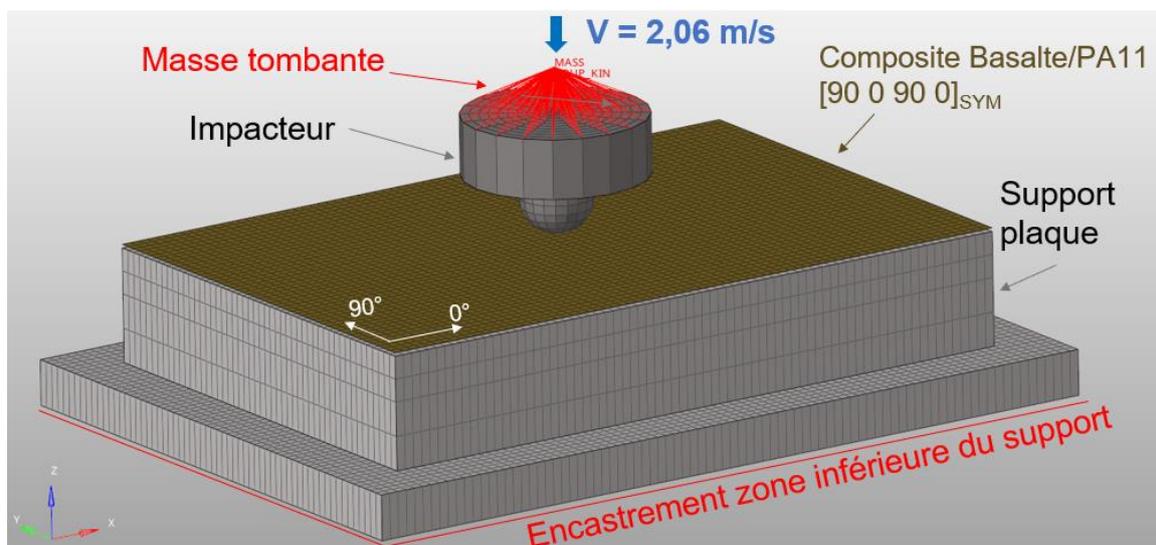


Figure 295 Modèle Abaqus Explicit pour l'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>s</sub>

### VIII.4.3. Résultats

Des simulations numériques ont été lancées avec la VUMAT et les paramètres de la carte matériau identifiés lors des différentes campagnes expérimentales. Les premières observations ont révélé des niveaux d'endommagement plus élevés lors des calculs explicites par rapport aux données expérimentales. Comme illustré à la Figure 296, qui montre l'évolution de la force du capteur en fonction de son déplacement, la courbe de la simulation numérique atteint rapidement un plateau avec un déplacement plus marqué, indiquant un endommagement excessif. Cependant, dans la première partie, les signaux sont relativement similaires, suggérant que le modèle numérique reproduit correctement le comportement avant l'apparition des endommagements.

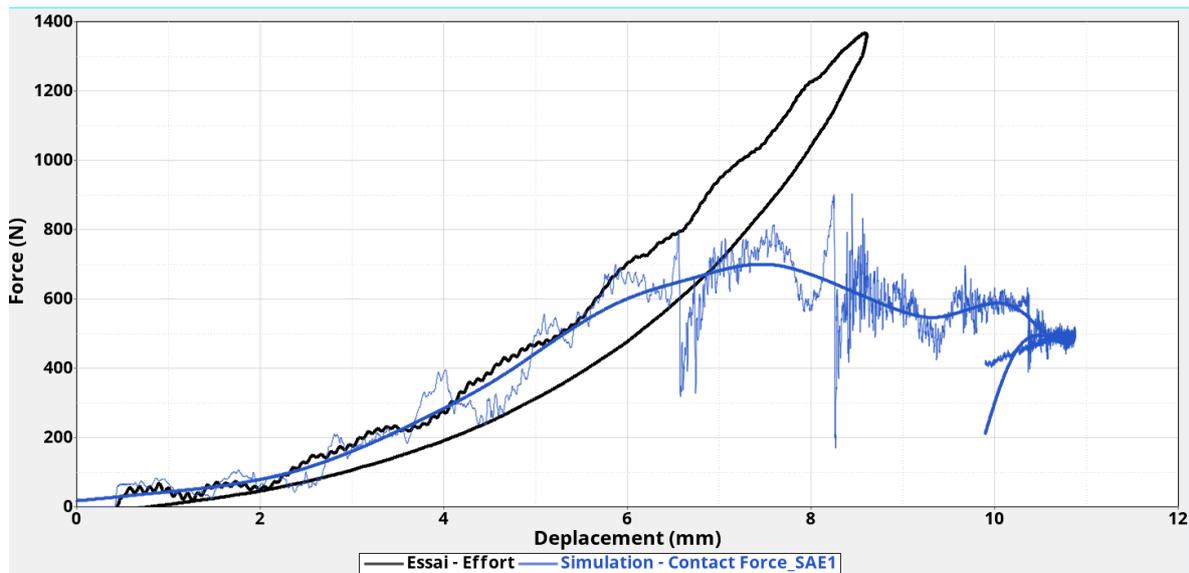


Figure 296 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT de l'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> avec les paramètres d'endommagement initiaux

Ainsi, il a été nécessaire d'ajuster les seuils de restitution d'énergie, principalement dans la direction de la matrice, afin de mieux correspondre aux phénomènes observés, tant au niveau des dommages visuels que des données temporelles provenant du capteur de force et du déplacement de l'impacteur. Cette nécessité découle principalement de la vitesse de déformation atteinte lors de l'essai d'impact, qui s'avère nettement plus élevée que lors des caractérisations dynamiques sur les tours de chute. Cela met en évidence l'impact de la vitesse de déformation sur les paramètres de rupture des composites, soulignant ainsi l'importance de son intégration dans la loi matériau du composite testé, comme cela est pris en compte dans la VUMAT. Pour rappel, les vitesses de déformation enregistrées lors des essais de caractérisation des composites Basalte/PA11 sur les tours de chute se situaient entre  $50 \text{ s}^{-1}$  et  $100 \text{ s}^{-1}$ , des valeurs plus basses que celles observées lors de l'essai d'impact. En effet, comme illustré sur la Figure 297, la vitesse de déformation atteinte lors de l'essai d'impact se situe plutôt autour de  $500 \text{ s}^{-1}$  lors du pic d'effort de contact entre l'impacteur et la plaque composite.

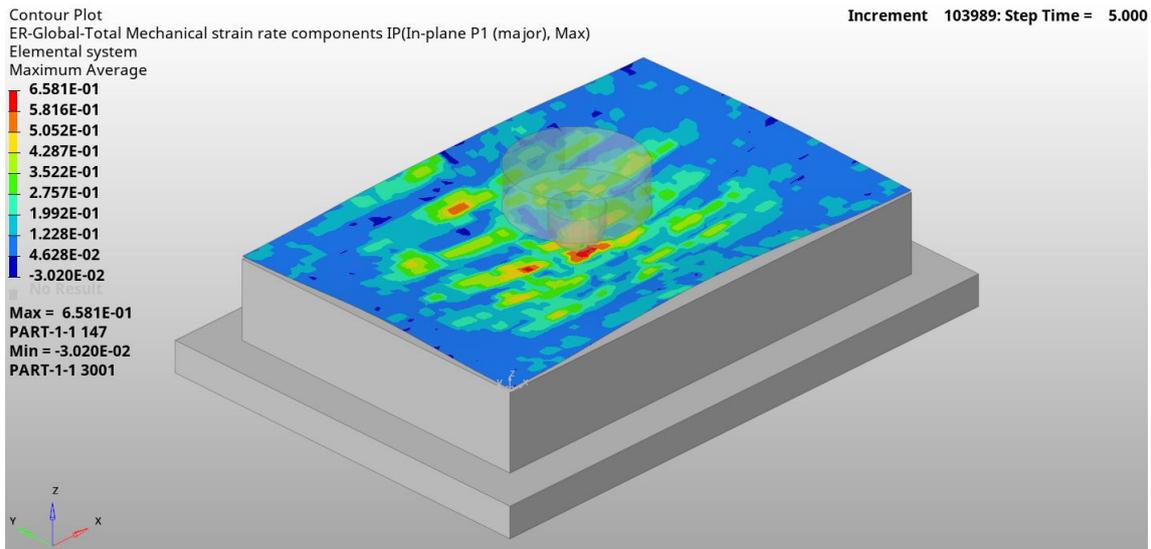


Figure 297 Simulation numérique avec VUMAT d'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>s</sub>, visualisation du champ de vitesses de déformation (ms<sup>-1</sup>) à t=5 ms

En se fondant sur les essais statiques, quasi statiques, dynamiques et l'essai d'impact, l'évolution du paramètre  $Y_1^r$  en fonction du strain rate peut être examinée. Les différentes observations des campagnes expérimentales ont révélé une rupture rapide une fois la contrainte maximale atteinte pour les composites Basalte/PA11 à 0°, ce qui explique la proximité des seuils d'initiation et de rupture.

Pour rappel, l'évolution du paramètre  $Y_1^r$  est  $Y_1^{r\ dyn} = Y_1^{r\ stat} * (1 + D_{Y_1}^r \ln \left( \frac{\dot{\epsilon}_e}{\epsilon_{ref}} \right))$ . La courbe présentée sur la Figure 298 illustre la variation de  $\left( \frac{Y_1^{r\ dyn}}{Y_1^{r\ stat}} - 1 \right)$  par rapport à  $\left( \ln \left( \frac{\dot{\epsilon}_e}{\epsilon_{ref}} \right) \right)$ , et met en lumière que le modèle de loi employé dans le sens de la fibre parvient à reproduire de manière satisfaisante l'évolution de ce paramètre pour le composite Basalte/PA11, avec un coefficient  $D_{Y_1}^r$  de 0.1224.

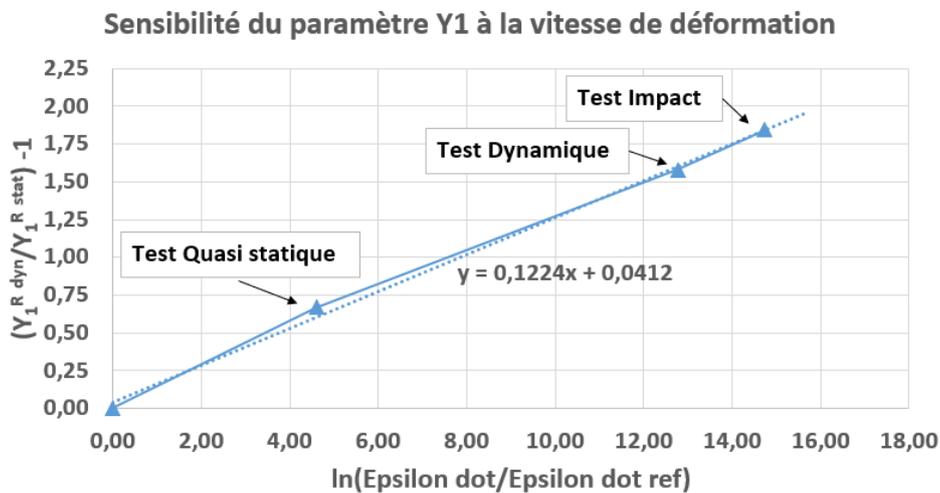


Figure 298 Sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre d'endommagement  $Y_1^r$  pour un composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>s</sub>

La même approche a été adoptée pour examiner l'évolution du paramètre énergétique de rupture dans le sens transversal du pli  $Y_2^r$ , en se basant sur les caractérisations à différentes vitesses des composites constitués de plis à  $90^\circ$ . Contrairement à la relation linéaire du paramètre  $Y_1^r$  en fonction de la vitesse de déformation, le paramètre  $Y_2^r$  présente une évolution plutôt exponentielle, comme illustré sur le graphique de la Figure 299. Ainsi, il a été nécessaire d'ajuster le coefficient  $D_{Y_2^r}^r$  à 0.542 pour obtenir un niveau d'endommagement de la matrice permettant une bonne concordance avec les signaux expérimentaux. Cela souligne l'importance de réfléchir à une formulation différente de l'évolution du paramètre  $Y_2^r$  pour un composite Basalte/PA11, afin de refléter fidèlement l'évolution expérimentale de ce paramètre. Il semble en effet que le taux de restitution d'énergie augmente de manière plus prononcée pour des vitesses de déformation supérieures à  $100 \text{ s}^{-1}$ . Cette observation suggère que les propriétés mécaniques des composites à Basalte/PA11 sont susceptibles de subir des changements significatifs à des vitesses de déformation élevées, alors que pour des vitesses de déformation plus faibles à modérés, les propriétés évoluent de manière plus graduelle, comme le démontrent les différentes campagnes expérimentales. Comme mentionné dans le paragraphe II.3.4.3, Chen et al. [106] ont montré que la déformation à la rupture et le module élastique des composites unidirectionnels à base de fibres de basalte et de résine époxy augmentaient considérablement lorsque la vitesse de déformation dépassait  $120 \text{ s}^{-1}$ . Étant donné que les paramètres d'endommagement dépendent principalement des modules d'élasticité et des déformations maximales, cela explique leur augmentation plus marquée à des niveaux élevés de strain rate.

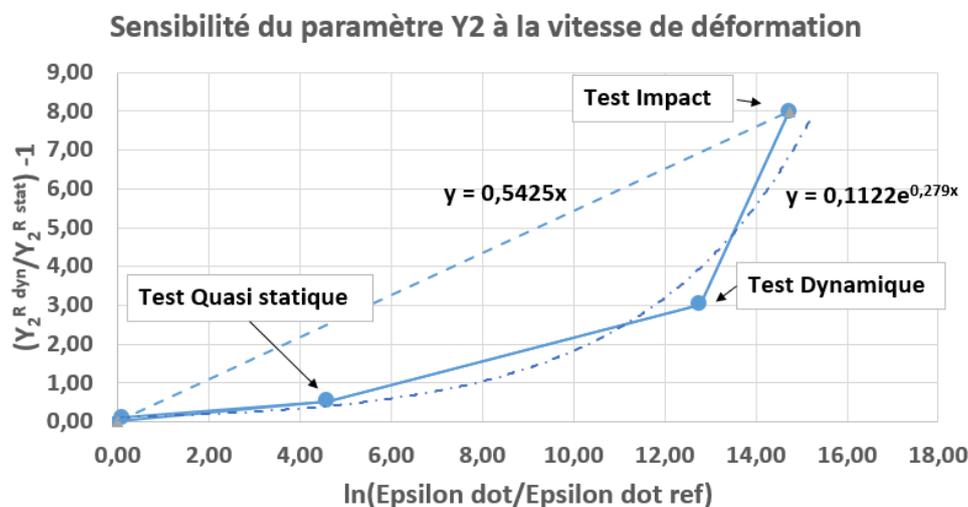


Figure 299 Sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre d'endommagement  $Y_2^r$  pour un composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>s</sub>

Une fois les paramètres d'endommagement identifiés pour ce composite, une seconde série de simulations a été lancée en désactivant les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation, afin d'étudier l'influence de cette dernière sur la courbe d'effort en fonction du déplacement de l'impacteur. La courbe expérimentale, représentée en noir sur la Figure 300, est comparée à deux simulations. La première, en bleu, avec les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation activés, et la seconde, en rouge, sans sensibilité au strain rate, c'est-à-dire basée uniquement sur les caractérisations statiques du composite Basalte/PA11. La comparaison entre les courbes

expérimentales et numériques met en évidence l'importance de prendre en compte l'influence de la vitesse de déformation pour obtenir une bonne concordance des données expérimentales en termes de force et de déplacement. De plus, la courbe bleue souligne la pertinence des différents paramètres matériaux du composite identifiés précédemment, montrant ainsi leur efficacité également dans la simulation d'impact.

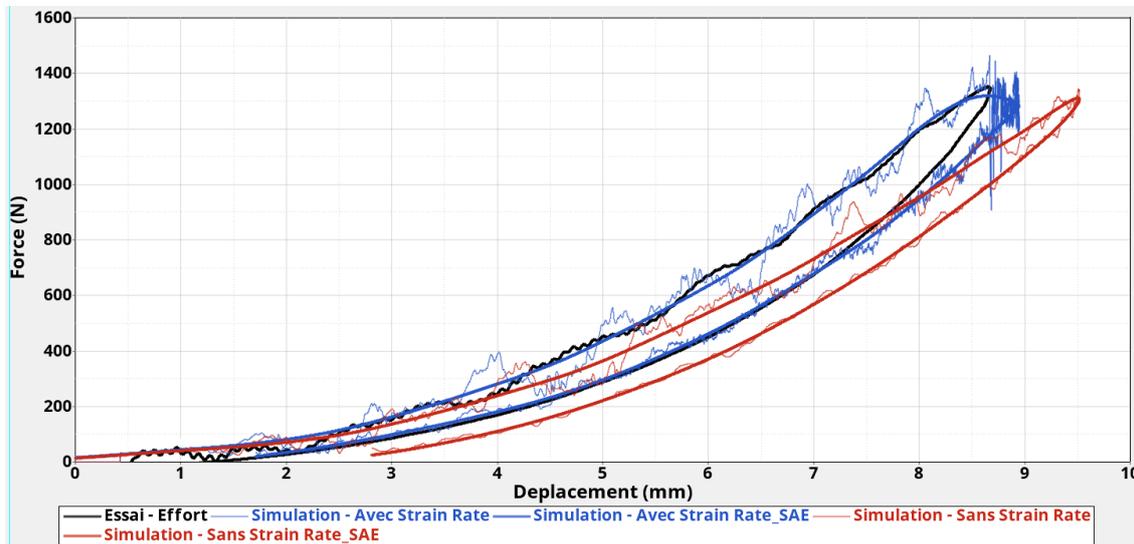


Figure 300 Comparaisons courbes expérimentales et simulations numériques avec VUMAT de l'essai d'impact sur composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>S</sub> avec et sans prise en compte de la sensibilité à la vitesse de déformation

La Figure 301 vise à comparer les dommages obtenus numériquement avec ceux observés expérimentalement sur la face supérieure de l'éprouvette, correspondant à la zone directement impactée. Un examen minutieux de la zone impactée n'a révélé aucune rupture de fibre ni de résine sur la face supérieure ; les marques visibles sont superficielles et consistent en un léger poinçonnement sous la zone d'impact. Les simulations numériques ne montrent également aucun dommage sur la face impactée de l'éprouvette, ce qui est en accord avec les observations réelles.

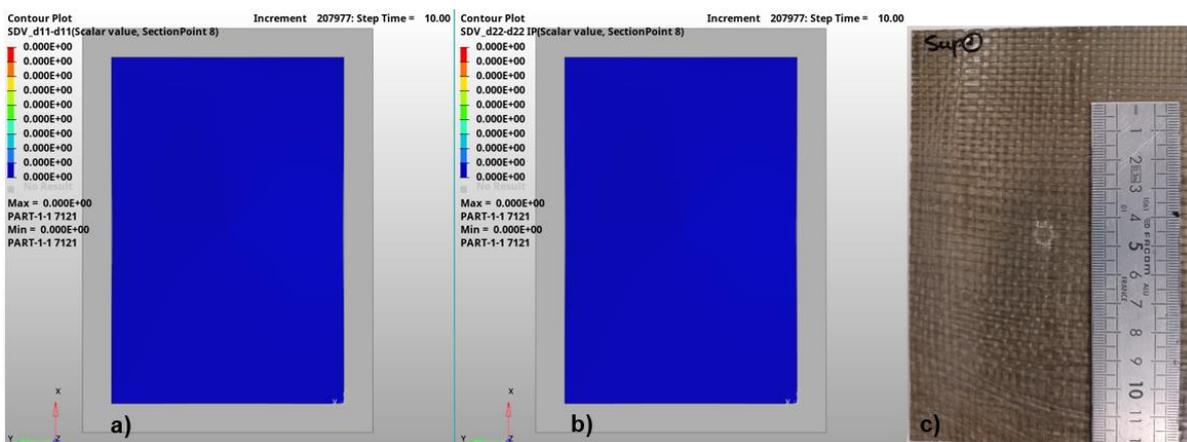


Figure 301 a) Face supérieure de l'éprouvette composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>S</sub> après impact, a) variable d'endommagement d1, b) variable d'endommagement d2 et c) photo de l'éprouvette

La face inférieure de l'éprouvette présente une zone centrale légèrement endommagée, comme illustré sur la Figure 302. Quelques fibres de basalte sont rompues et une dégradation locale de la résine est également observable. Le post-traitement des variables utilisateur de la VUMAT, qui

correspondent à l'endommagement des fibres et de la matrice, montre un comportement similaire aux observations expérimentales, avec une zone endommagée relativement restreinte dont les dimensions semblent cohérentes avec celles identifiées sur la photo de l'éprouvette après l'impact. Ainsi, les résultats numériques du modèle Abaqus Explicit utilisant la VUMAT permettent une corrélation satisfaisante avec l'essai d'impact à énergie modérée, tant du point de vue de l'évolution de l'effort en fonction du déplacement de l'impacteur que de l'observation du type et de l'étendue des dommages, ce qui confirme la pertinence de la loi VUMAT dans ce type de sollicitation avec cette échelle de modélisation.

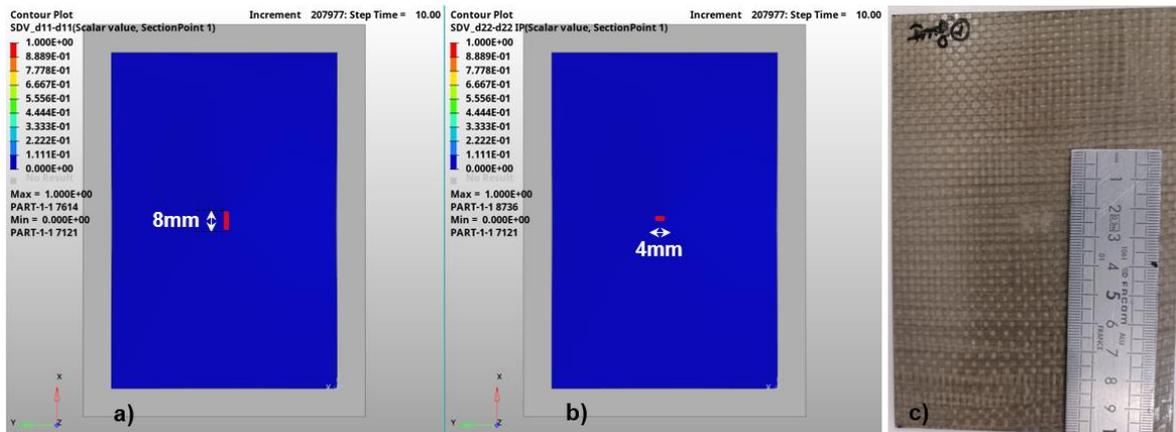


Figure 302 a) Face inférieure de l'éprouvette composite Basalte/PA11 [(90/0)<sub>2</sub>]<sub>s</sub> après impact, a) variable d'endommagement d1, b) variable d'endommagement d2 et c) photo de l'éprouvette

## Bilan de la Partie VIII

Ce chapitre a permis de présenter les résultats des campagnes expérimentales dynamiques réalisées sur des tours de chute, couplées à la méthode d'identification inverse basée sur des simulations Abaqus Explicit.

L'étude des polymères seuls a révélé la cohérence des modules d'élasticité observés lors des analyses dynamiques, en comparaison avec les prédictions des analyses DMA et les valeurs utilisées dans les simulations numériques itératives basées sur la méthode d'identification inverse. Les résultats obtenus confirment que la résine ELIUM a un comportement viscoélastique fragile, fortement influencé par la vitesse de déformation. En revanche, le PA11 montre un comportement élastoviscoplastique, avec une augmentation plus modérée du module d'élasticité. Toutefois, la vitesse de déformation influence significativement les contraintes d'écoulement : celles-ci augmentent avec la vitesse, tandis que la déformation à la rupture diminue. L'étude dynamique des fibres sèches, notamment des rubans de bambou, a été plus complexe en raison de la variabilité importante des modules d'élasticité et de la contrainte à la rupture, nécessitant une interprétation prudente de l'influence de la vitesse de déformation. Les déformations à la rupture suivent une tendance logique pour un matériau viscoélastique fragile, diminuant avec l'augmentation des vitesses de chargement. Les essais sur les fibres de lin indiquent une augmentation du module d'élasticité entre le quasi-statique et la dynamique, après une légère diminution entre la statique et le quasi-statique, corroborant les analyses DMA. Les contraintes à la rupture des fibres de lin augmentent avec la vitesse de déformation. Les fibres de basalte montrent une légère augmentation du module d'élasticité, ainsi qu'une potentielle augmentation des capacités d'allongement et de la contrainte à la rupture sous l'effet de la vitesse de déformation. Les tests de caractérisation des stratifiés à  $0^\circ$  révèlent que les composites à fibres végétales étudiés semblent peu sensibles à la vitesse de déformation concernant l'évolution du module d'élasticité longitudinal. Ces modules présentent un plateau, voire une légère diminution pour les composites renforcés de fibres végétales avec la matrice PA11, tandis qu'une légère augmentation est observée avec la résine ELIUM. Les composites renforcés de fibres de basalte montrent une sensibilité plus marquée à la vitesse de déformation, avec des augmentations du module d'élasticité longitudinal avec les deux résines. L'étude des composites à plis  $\pm 45^\circ$  met en lumière des modifications significatives dans leurs propriétés mécaniques, notamment une augmentation du module d'élasticité  $G_{12}$ , de la limite élastique et des contraintes d'écoulement plastique. La dernière partie de ce chapitre a mis en lumière l'importance de prendre en compte l'influence de la vitesse de déformation pour obtenir une concordance précise avec les données expérimentales lors des essais d'impact par poids tombant sur un composite Basalte/PA11. Il est apparu nécessaire d'ajuster les variables d'endommagement de la résine afin de reproduire fidèlement les observations expérimentales. En effet, il semble que les variables d'endommagement pour la résine augmentent de manière significativement plus prononcée lorsque les vitesses de déformation dépassent  $100 \text{ s}^{-1}$ .

## Partie IX. Conclusion et perspectives

### IX.1. Conclusion

L'objectif central de cette thèse est d'analyser l'impact de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques à l'échelle du stratifié, ainsi que d'examiner le comportement individuel de ces constituants lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations de traction variant de la statique à la dynamique rapide. Pour ce faire, une gamme diversifiée de dispositifs de caractérisation a été déployée, allant des moyens DMA, des machines électromécaniques aux dispositifs analogues à des tours de chute capables de générer des contraintes de traction à des vitesses de déformation de l'ordre de  $100\text{s}^{-1}$ .

Les essais DMA ont joué un rôle significatif dans la caractérisation des constituants et des composites à faible vitesse de déformation, avant d'utiliser des extrapolations pour estimer l'évolution des modules d'élasticité à des vitesses de déformation plus élevées, en phase avec les essais dynamiques rapides effectués sur les installations de tours de chute. Les mesures obtenues à l'aide du dispositif DMA ainsi que des dispositifs conventionnels de caractérisation statique et dynamique ont produit des résultats convergents à  $100\text{ s}^{-1}$  pour les deux polymères étudiés (Figure 303). Les extrapolations basées sur les mesures du module d'élasticité par DMA, réalisées à partir d'essais représentant de faibles vitesses de déformation, ont fourni des estimations pertinentes pour les deux polymères à des vitesses de déformation cibles théoriques de  $100\text{ s}^{-1}$ . Ces estimations ont été importantes pour les processus d'identification, basés sur des simulations explicites, visant à extraire les paramètres matériaux clés des essais dynamiques. Il est également notable que les deux polymères étudiés ont démontré une sensibilité significative à la vitesse de déformation, bien que de manière différente. En particulier, la résine ELIUM a montré une forte sensibilité dans la partie élastique de son comportement, avec une augmentation de 70% de son module d'élasticité entre  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$  et  $10^{+2}\text{ s}^{-1}$ , tandis que le PA11 a révélé une sensibilité moindre dans cette partie, avec une augmentation de 25% de son module d'élasticité. En revanche, le PA11 a manifesté une sensibilité accrue dans la partie plastique de sa loi de comportement. Ces observations ont été corroborées par les analyses réalisées avec la DMA, mettant notamment en évidence le principe de superposition temps-température pour mieux comprendre les propriétés élastiques des matériaux étudiés.

	Modules d'élasticités mesurés (Mpa)									
	Caractérisations DMA					Caractérisations conventionnelles				
	Statique	Quasi statique	coefficient SQS	Dynamique DMA*	coefficient SQD	Statique	Quasi statique	coefficient SQS	Dynamique rapide	coefficient SQD
ELIUM 188 XO	3201	4025	1,26	5449	1,70	2920 à 3190	3230	1,04 à 1,11	5449	1,71 à 1,87
PA11	1498	1593	1,06	1745	1,16	1400	1400	1,00	1745	1,25

\* Valeurs basées sur une extrapolations des mesures DMA en statique et quasi statique

Figure 303 Evolution du module d'élasticité des polymères de la statique à la dynamique, comparaisons des mesures par DMA et par caractérisation conventionnelle

Il convient de souligner que la DMA offre des lectures plus claires que les essais conventionnels sur les modules d'élasticité. En effet, il peut parfois être difficile d'identifier précisément un module sur les courbes contrainte-déformation, qui peuvent être affectées par des erreurs lors de la manipulation des données. Ainsi, la méthode DMA se révèle pertinente pour interpréter ces modules, notamment en raison de la non-linéarité des pentes observées sur les fibres techniques

de lin et de basalte lors des essais conventionnels sur dispositifs de traction statique ou quasi statique. Cependant, les analyses DMA des fibres sèches se sont avérées complexes à mettre en œuvre, surtout pour les fibres techniques de lin et de basalte qui manquent de rigidité en compression, rendant délicate la fixation et la précharge nécessaires pour obtenir des résultats fiables. Ainsi, l'utilisation de la méthode DMA peut ne pas être la plus appropriée pour ce type de fibres seules. En raison de sa rigidité accrue due à sa composition et à sa structure, le ruban de bambou est théoriquement plus compatible avec les analyses DMA pour étudier l'évolution de son module et estimer son comportement par extrapolation à des vitesses de déformation plus élevées, par rapport aux fibres techniques de lin et de basalte. Bien que les analyses DMA des fibres sèches soient complexes à mettre en œuvre, elles ont tout de même permis d'estimer une variation du module élastique de +10% pour les rubans de bambou, de -2% pour les fibres techniques de lin et de +7% pour les fibres techniques de basalte. Cependant, il est délicat de comparer ces résultats obtenus par DMA sur les rubans de bambou avec ceux identifiés lors des essais statiques conventionnels. En effet, les mesures effectuées avec les machines de caractérisation conventionnelles ont révélé une grande variabilité des résultats des essais sur le bambou due à la différence significative du ratio fibre/parenchyme entre les rubans, rendant son utilisation difficile pour des applications sur des structures primaires voire secondaires en raison de la non-répétabilité des propriétés. Quant aux fibres techniques de lin, elles ont également présenté une variabilité notable lors des essais statiques, bien que dans une moindre mesure que les rubans de bambou. Les modules semblent stagner voire décroître en termes de module d'élasticité entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , avant d'augmenter sensiblement dans la plage de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{+2} \text{ s}^{-1}$ . Ce comportement complexe du module du lin nécessiterait une analyse approfondie pour une meilleure compréhension. En revanche, les fibres de basalte, du fait de leur stabilité dans les propriétés et les performances mesurées, se positionnent comme un substitut privilégié des fibres de verre, y compris pour des applications en dynamique rapide, car leurs propriétés augmentent avec l'augmentation de la vitesse de déformation, comme le confirment à la fois la DMA et les essais classiques. L'évolution du module d'élasticité des renforts naturels de la statique à la dynamique est illustrée ci-dessous dans le tableau de la Figure 304, mesures effectuées par DMA et par caractérisation conventionnelle :

**Modules d'élasticités mesurés (Mpa)**

	Caractérisations DMA					Caractérisations conventionnelles				
	Statique	Quasi statique	coefficient SQS	Dynamique DMA*	coefficient SQD	Statique	Quasi statique	coefficient SQS	Dynamique rapide	coefficient SQD
Ruban bambou	8231	8617	<b>1,05</b>	9056	<b>1,10</b>	6866 à 16965	-	-	10000	<b>0,59 à 1,46</b>
Fibre technique de Lin	19015	18895	<b>0,99</b>	18614	<b>0,98</b>	10186 à 13830	7827 à 12748	<b>0,57 à 1,25</b>	15000 à 17500	<b>1,08 à 1,72</b>
Fibre technique de basalte	57283	59125	<b>1,03</b>	61145	<b>1,07</b>	71586 à 89009	73329 à 87635	<b>0,82 à 1,22</b>	90000	<b>1,01 à 1,25</b>

\* Valeurs basées sur une extrapolations des mesures DMA en statique et quasi statique

Figure 304 Evolution du module d'élasticité des renforts naturels de la statique à la dynamique, comparaisons des mesures par DMA et par caractérisation conventionnelle

Comme le montre le tableau de la Figure 305, les divers composites constitués de plis à  $0^\circ$  ont manifesté une sensibilité relativement modeste sur leur module d'élasticité longitudinal avec ce type de stratification, présentant des variations de +4% à +17% selon les analyses réalisées en DMA. Cependant, pour les composites renforcés de basalte, les résultats obtenus par DMA n'ont pas été exploitables de manière fiable, principalement en raison de la grande rigidité des fibres, ce qui a conduit les éprouvettes à atteindre les limites de capacité de la machine, rendant les observations difficilement interprétables. En comparaison, les tests conventionnels pour évaluer les modules de

ces composites à 0° ont révélé une stagnation, voire une petite diminution d'environ 4 % pour les composites renforcés de fibres végétales avec la matrice PA11, tandis qu'une augmentation légère, comprise entre 3 % et 11 %, a été observée pour ceux avec la résine ELIUM. Cependant, il convient de noter que la grande variabilité des propriétés des fibres naturelles utilisées dans l'étude nécessite un certain recul par rapport à cette observation. Les composites renforcés de fibres de basalte ont montré une sensibilité plus marquée au strain rate, avec des augmentations respectives de 14 % et 24 % du module d'élasticité avec les résines ELIUM et PA11.

	Caractérisations DMA					Caractérisations conventionnelles				
	Statique	Quasi statique	coefficient SQS	Dynamique DMA*	coefficient SQD	Statique	Quasi statique	coefficient SQS	Dynamique rapide	coefficient SQD
Bambou/ELIUM (0°) <sub>s</sub>	10966	11315	1,03	12150	1,11	9680	10941	1,13	10000	1,03
Bambou/PA11 (0°) <sub>s</sub>	12686 **	13262 **	1,05	14618 **	1,15	12467 **	-	-	12000 **	0,96
Lin/ELIUM (0°) <sub>s</sub>	12644	14010	1,11	14767	1,17	10789	12703	1,18	12000	1,11
Lin/PA11 (0°) <sub>s</sub>	16910	17643	1,04	19119	1,13	16507	17663	1,07	16000	0,97
Basalte/ELIUM (0°) <sub>s</sub>	23588	24542	1,04	26180	1,11	32996	34782	1,05	37500	1,14
Basalte/PA11 (0°) <sub>s</sub>	22803	23129	1,01	23698	1,04	28124	32601	1,16	35000	1,24

\* Valeurs basées sur une extrapolations des mesures DMA en statique et quasi statique

\*\* Plaque n°2 Bambou/PA11

Figure 305 Evolution du module d'élasticité longitudinal des composites [0°] de la statique à la dynamique, comparaisons des mesures par DMA et par caractérisation conventionnelle

Il est notable que les effets de la vitesse sont généralement plus prononcés sur les composites constitués de plis à  $\pm 45^\circ$ , car le polymère des composites est sensible à la vitesse de déformation, ce qui se traduit généralement par une augmentation du module de cisaillement intralaminare, de la limite élastique et des contraintes d'écoulement plastique lorsque les vitesses de sollicitation sont plus élevées. En ce qui concerne l'évolution du module de cisaillement  $G_{12}$ , une augmentation plus marquée a été observée pour les composites à base de renfort de bambou, tandis que les composites à fibre technique de basalte ont également montré une sensibilité à l'augmentation du module d'élasticité  $G_{12}$ , bien que cette augmentation soit proportionnellement moins importante. D'autre part, une évolution très limitée, voire inexistante, a été constatée pour les composites à base de lin en termes d'évolution du module de cisaillement, une tendance déjà observée pour le module longitudinal avec les composites à ce renfort et des plis à 0°. Dans l'ensemble, nous observons une sensibilité légèrement plus marquée à l'augmentation du module élastique  $G_{12}$  pour les composites avec la résine ELIUM et une sensibilité plus prononcée à l'augmentation de la limite élastique pour les composites avec la résine PA11 pour les composites à 45°, ce qui correspond aux observations faites sur la sensibilité à la vitesse de déformation des deux polymères lors des travaux de caractérisation sur les constituants des composites.

L'utilisation de la méthode d'identification inverse s'est avérée essentielle pour déterminer les paramètres matériaux mesurés lors des essais sur les tours de chutes. Il est important de noter que l'emploi des mors de première génération permet de produire une courbe de montée en effort plus régulière. Cependant, il est nécessaire d'ajuster et de calculer la rigidité initiale des éprouvettes afin d'éviter le décollement des talons, un phénomène observé fréquemment avec les éprouvettes en fibre technique de basalte. Il sera également nécessaire d'optimiser la conception des éprouvettes sur le montage double cadre pour améliorer la corrélation des petits allongements, en utilisant des formes plus adaptées avec un rayon de courbure permettant de localiser les dommages au centre de l'éprouvette, ce qui assurera un suivi plus précis de l'extensomètre. Les nombreuses campagnes

expérimentales dynamiques, associées aux simulations numériques, ont servi de base au développement d'une loi utilisateur VUMAT. Cette loi permettra de prendre en compte les effets de vitesse sur le comportement des matériaux composites unidirectionnels et leurs endommagements, ce qui conduira à des résultats plus prédictifs, notamment dans le domaine aéronautique. Actuellement, les méthodes de dimensionnement se basent principalement sur des mesures de matériaux issues d'essais statiques, qui sont plus conservatrices et garantissent donc un niveau élevé de sécurité. Cependant, cette approche ne tient pas compte de la sensibilité à la vitesse de déformation. Cette nouvelle loi devrait permettre une meilleure prédiction des observations expérimentales tout en garantissant un niveau crucial de sécurité, et en permettant également d'alléger les structures, ce qui se traduira par des économies de carburant grâce à des dimensionnements plus précis.

Une observation significative découlant des recherches menées dans le cadre de cette thèse concerne l'application de la loi des mélanges, en se basant sur les caractérisations mécaniques statiques des constituants et en les comparant aux propriétés des composites obtenues également par caractérisation statique. Une disparité notable entre les résultats anticipés par la théorie de la loi des mélanges et les mesures expérimentales a été constatée, notamment pour les composites renforcés par des fibres d'origine végétale, comme les rubans de bambou et les fibres techniques de lin. En effet, les modules d'élasticité théoriques se sont avérés nettement inférieurs à ceux effectivement mesurés lors des essais, ce qui a nécessité une exploration plus approfondie pour comprendre les écarts significatifs observés. Des analyses détaillées de la structure des composites, réalisées à l'aide d'observations au microscope optique à haute résolution, ont offert un aperçu plus précis de la réaction des fibres et de la matrice lors de la fabrication des plaques concernées. Les écarts les plus prononcés semblent se concentrer sur les composites renforcés par des matériaux végétaux élaborés au moyen du procédé de thermocompression, bien que des différences moins significatives soient également présentes au sein des plaques de composites produites par le procédé d'infusion. Les travaux ont ainsi révélé la nécessité de corriger le module d'élasticité des fibres végétales en tenant compte de l'influence du procédé de fabrication sur le diamètre des renforts avant et après fabrication. Cette correction du module implique l'hypothèse de la rigidité constante des fibres et nécessite un ajustement à l'aide d'un coefficient spécifique à chaque type de renfort.

## **IX.2. Perspectives**

Les multiples recherches menées dans le cadre de cette thèse ont soulevé de nombreuses interrogations et incitations à approfondir la compréhension du comportement des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques soumis à des sollicitations dynamiques rapides, ainsi que de leurs constituants individuels.

Il est désormais crucial d'envisager une modélisation plus affinée par le biais de la méthode des éléments finis pour les fibres techniques de lin, afin de mieux appréhender leur comportement complexe, y compris en statique pour représenter les phénomènes de torsion et de stick-slip au niveau des fibres élémentaires, ainsi qu'à l'échelle de la fibre technique, en prenant en compte le déroulement et l'alignement du toron dans la direction de sollicitation. De plus, des phénomènes tout aussi complexes semblent se manifester en dynamique, aussi bien avec les analyses DMA à haute fréquence que lors des essais dynamiques sur fibres sèches, comme le démontrent les travaux.

Il est donc primordial de pouvoir approfondir l'étude de ces fibres techniques de lin seules en dynamique rapide, en utilisant des moyens spécifiques de sollicitation et d'observation à cette échelle, éventuellement avec le soutien précieux d'une modélisation plus poussée des fibres à une échelle microscopique capable de reproduire leur comportement.

Les résultats obtenus par ces travaux permettent principalement de se positionner sur l'influence de la vitesse de déformation sur les composites à renforts naturels et résines thermoplastiques, ainsi que sur leurs constituants individuels, avec une vue d'ensemble sur l'évolution des paramètres mécaniques principaux tels que les modules d'élasticité, les contraintes maximales et les déformations à la rupture. Dans un avenir proche, il serait judicieux de se concentrer de manière plus précise et détaillée sur certains de ces matériaux afin de caractériser plus finement les dommages des constituants et des composites, notamment par le biais d'essais cycliques, qui, en raison de contraintes de temps et de disponibilité matières, n'ont pas encore été réalisés. Ces essais cycliques pourraient fournir des informations précieuses, notamment lorsque des phénomènes de pseudo-plasticité peuvent se développer et s'accumuler avec les dommages. Ils pourraient alors permettre de séparer la plasticité des dommages permettant d'observer l'évolution des variables d'endommagement en fonction de la vitesse de sollicitation.

Il serait aussi pertinent d'entreprendre des essais d'impact à grande vitesse sur des stratifiés plus conventionnels, comprenant des plis orientés à des angles de  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ , et de dimensions plus importantes. Ceci permettrait d'analyser le comportement des fibres naturelles associées à des résines thermoplastiques à une échelle encore plus représentative, en exposant ces structures de grande taille à des impacts courants rencontrés par les avions, tels que les chocs aviaires ou ceux impliquant des éclatements de pneumatiques. Ces essais à grande échelle constitueraient une étape supplémentaire dans la validation de la loi utilisateur élaborée au cours des recherches, avec d'éventuelles adaptations pour assurer une corrélation optimale à cette échelle. De telles études et expériences fourniraient des données expérimentales précieuses sur le comportement de ces matériaux lors de ces types d'impacts, ce serait alors l'opportunité de réfléchir suivant les résultats obtenus à la création de composites multi-matériaux et multifonctionnels exploitant les avantages des différents constituants, notamment des fibres végétales, qui, bien qu'elles semblent moins performantes que le basalte, pourraient être intégrées de manière raisonnable et pertinente pour créer un composite issu à la fois de ressources minérales et végétales, capable de répondre aux exigences de sécurité et de performance du domaine aéronautique en pleine transformation pour répondre aux exigences écologiques, économiques et scientifiques du monde actuel et de demain.

## Références bibliographiques

---

- [1] A Elouaer, (2018), Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales, thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne.
- [2] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Techniques de l'ingénieur.
- [3] A Lefeuvre, A Bourmaud, C Morvan, and C Baley. Elementary flax fibre tensile properties: Correlation between stress-strain behaviour and fibre composition. *Ind. Crop. Prod.*, 52 :762–769, 2014.
- [4] Amélie Cuynet. Etude du comportement mécanique à l'impact et en post impact de matériaux composites à fibres végétales. Mécanique des matériaux. Université Grenoble Alpes, 2018. Français.
- [5] Matthieu Mahmoud Saad. Potentiel des fibres végétales courtes dans l'amélioration du comportement mécanique des mortiers. Génie civil. INSA de Toulouse, 2022. Français.
- [6] R. Siakeng, M. Jawaid, H. Ariffin, S.M. Sapuan, M. Asim, N. Saba, Natural fiber reinforced polylactic acid composites: a review, *Polym. Compos.* 40 (2) (2019) 446–463.
- [7] Vi Vi Do Thi - Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. Alimentation et Nutrition. Université de Grenoble ; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011. Français.
- [8] Sedan D., (2007), Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite, PhD thesis, Université de Limoges.
- [9] Bledzki A.K., Gassan J., (1999), Composites reinforced with cellulose based fibres, Review, *Progress in Polymer Science*, Vol. 24, Issue 2, pp. 221-274
- [10] W.J. Cousins - Young's modulus of hemicellulose as related to moisture content *Wood Sci Technol*, 12 (1978), pp. 161-167
- [11] Weerasooriya, Nadhilah, Owolabi, Hashim, Khalil, Syahariza, Hussin, Hiziroglu, Haafiz Exploring the properties of hemicellulose based carboxymethyl cellulose film as a potential green packaging, *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, Volumes 1–2, 2020, Pages 20-28, ISSN 2666-0865..
- [12] Gassan J, Bledzki AK. 7. Internationales Techtexil Symposium 1995. Frankfurt, 20–22 June 1995
- [13] Eichhorn S.J., Baillie C.A., Zafeiropoulos N., Mwaikambo L.Y., Ansell M.P., Dufresne A., Entwistle K.M., Herrera-Franco P.J., Escamilla G.C., Groom L., Hughes M., Hill C., Rials, T.G., Wild P.M., (2001), Current international research into cellulosic fibres and composites, *Journal of Materials Science*, Vol.36(9), pp. 2107-2131
- [14] Klyosov A.A., (2007), Wood-plastic composites, John Wiley & Sons, Inc.
- [15] Thomas S., Paul S.A., Pothan L.A., Deepa B., (2011), Natural Fibres: Structure, Properties and Applications, Springer, Verlag Berlin Heidelberg

- [16] Rezaul Karim, Kamrun Nahar, Fatema Tuz Zohora, Md. Monarul Islam, Riyadh Hossen Bhuiyan, M Sarwar Jahan, Md. Aftab Ali Shaikh, Pectin from lemon and mango peel: Extraction, characterisation and application in biodegradable film, <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2022.100258>.
- [17] Bledzki AK, Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Prog Polym Sci.* 1999;24(2):221–274.
- [18] André A (2006) *Fibres for Strengthening of Timber Structures*. Luleå University of Technology, Department of Civil and Environmental Engineering, Tech. Rep
- [19] D. U. Shah. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review. *Journal of Materials Science*, 48 :6083–6107, 09 2013.
- [20] Ashby M. F. "The CES EduPack database of natural and man-made materials": Granta Material Inspiration-Bioengineering; 2008
- [21] Haiping Yang, Rong Yan, Hanping Chen, Dong Ho Lee, Chuguang Zheng - Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis, <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>
- [22] Azwa ZN, Yousif BF, Manalo AC, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design.* 2013;47(0):424-42.
- [23] E Trujillo (2014), *Polymer Composite materials based on bamboo fibres*, Thesis, KU Leuven, Science, Engineering & Technology
- [24] A Muhammad, MR Rahman, S Hamdan, K Sanaullah, Recent developments in bamboo fiber-based composites: a review, *Polym Bull* 76 (2019) 2655–2682.
- [25] La culture de bambou géant : miracle ou mirage ? <https://www.ouest-france.fr/economie/agriculture/la-culture-de-bambou-geant-miracle-ou-mirage-6572558#:~:text=Un%20foss%C3%A9%20profond%20d'une,font%20une%20soixantaine%20de%20centim%C3%A8tres>.
- [26] L. Lods (2021), *De la mise en œuvre à l'analyse du comportement mécanique de composites biosourcés recyclables polymères thermoplastiques/fibres continue de bambou – thèse*, Université Toulouse 3 Paul Sabatier.
- [27] X. Londono, ~ G.C. Camayo, N.M. Riano, ~ Y. Lopez, ´ Characterization of the anatomy of *Guadua angustifolia* (Poaceae : Bambusoideae) culms, *Bamboo Sci, Cult. J. Am. Bamboo Soc.* 16 (2002) 18–31.
- [28] T Richmond (2021), *Composites techniques avec renforts bambou continus et matrice polymère 3D biosourcée : élaboration et comportement mécanique – thèse*, Université Toulouse 3 Paul Sabatier.
- [29] Layth S. Al-Rukaibawi, Sadik L. Omairey, Gyorgy Karolyi - A numerical anatomy-based modelling of bamboo microstructure, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125036>

- [30] Dayong Hu, Bin Song, Linwei Dang, Zhiqiang Zhang. Effect of strain rate on mechanical properties of the bamboo material under quasi-static and dynamic loading condition, <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.05.107>
- [31] Sagar Chokshi, Piyush Gohil, Amul Lalakiya, Parth Patel, Amit Parmar Tensile strength prediction of natural fiber and natural fiber yarn: Strain rate variation upshot, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.142>.
- [32] France Agri Mer, établissement national des produits de l’agriculture et de la mer – Lin textile.  
[https://www.franceagrimer.fr/fam/content/download/70369/document/FICHE\\_FILIERE\\_LIN\\_2023.pdf?version=6](https://www.franceagrimer.fr/fam/content/download/70369/document/FICHE_FILIERE_LIN_2023.pdf?version=6)
- [33] LaFranceAgricole. « Filière : Le lin fibre, un marché dynamique ». <https://www.lafranceagricole.fr/filieres-vegetales/article/756395/le-lin-fibre-un-marche-dynamique>.
- [34] Lola. « Lin : marché porteur ». L’Atelier des études économiques (blog), 10 mars 2022. <https://normandiemaine.cerfrance.fr/latelier/lin-marche-porteur/>
- [35] Terre-net. « Le marché du lin fibre s’inscrit dans une dynamique structurelle ». Consulté le 15 novembre 2023. <https://www.terre-net.fr/lin/article/210094/le-marche-du-lin-fibre-s-inscrit-dans-une-dynamique-structurelle>.
- [36] Gorshkova, T. A. ; Wyatt, S. E. ; Salnikov, V. V. ; Gibeaut, D. M. ; Ibragimov, M. R. ; Lozovaya, V. V. ; Carpita, N. C. Cell-wall polysaccharides of developing flax plants. *Plant Physiol.* 1996, 110, 721– 729.
- [37] C Goudenhoofft (2018), Caractérisation multi-échelle des tiges et fibres de lin : structure et performances mécaniques, Université de Bretagne Sud.
- [38] A. Le Duigou, P. Davies, and C. Baley, “Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement,” *J. Biobased Mater. Bioenergy*, vol. 5, no. 1, pp. 153–165, 2011.
- [39] Chilali (2017) - Étude expérimentale et modélisation de la durabilité des biocomposites à fibres de lin. Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne Ardenne.
- [40] C. Baley - “Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 7, pp. 939–948, Jul. 2002.
- [41] V. Placet, O. Cissé, and M. Lamine Boubakar - “Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 56, pp. 319–327, 2014.
- [42] J Aubry - Etude expérimentale et numérique d’impacts sur structures : application aux pales d’hélicoptères, 2013, thèse, Université Toulouse 3 Paul Sabatier.
- [43] M Lefebvre (2022) - Sur une approche multi échelle de l’influence de la vitesse sur le comportement mécanique d’un composite biosourcé Lin/Elium, thèse, Université de Strasbourg.

- [44] K Gogoli (2022) - Contribution à l'étude des faisceaux de fibres de lin : analyse des relations morphologie comportement mécanique-ultrastructure, thèse, Normandie Université.
- [45] M Khennache - Influence des conditions de culture et de transformation du lin sur les caractéristiques chimique, physique et mécanique de la fibre technique de lin pour une application en matériaux composites biosourcés. Thèse de doctorat, Université de Rouen Normandie, Rouen, FRANCE, 2020.
- [46] C Gourrier (2016) - Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud.
- [47] Karine Charlet - Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Matériaux. Université de Caen / Basse-Normandie, 2008. Français.
- [48] Singha, K - A Short Review on Basalt Fiber. *Int. J. Text. Sci.* 2012, 1, 19–28.
- [49] Dhand, V.; Mittal, G.; Rhee, K.Y.; Park, S.-J.; Hui, D. - A Short Review on Basalt Fiber Reinforced Polymer Composites. *Compos. Part B Eng.* 2015, 73, 166–180.
- [50] V. Fiore, T. Scalici, G. Di Bella, and A. Valenza - “A review on basalt fibre and its composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 74, pp. 74–94, 2015.
- [51] B Gaumont (2020) - Compréhension des interfaces/Interphases formées dans les composites PPS/Fibres de carbone et PPS/Fibre de basaltes réalisés à partir de mèches comelées et retordues, thèse, Université de Lyon.
- [52] Amel Sahki - Développement de composites thermoplastiques renforcés par des tissus de basalte et de verre : Etude de leur Durabilité et de leur Recyclabilité. Matériaux. IMT - MINES ALES - IMT - Mines Alès Ecole Mines - Télécom, 2022. Français.
- [53] Kamal Azrague - Life Cycle Assessment as a tool for resource optimisation of continuous basalt fibre production in Iceland, *Engineering Conferences International*, 2016.
- [54] Liu XH - Comparison and characteristics of continuous basalt fiber, carbon fiber, aramid fiber and glass fiber. *Shanxi Science and Technology* 29 87-90
- [55] Jerome Fortin, Muriel Gasc-Barbier, Véronique Merrien-Soukatchoff. - Comportement des roches en température. Muriel Gasc-Barbier, Véronique Merrien-Soukatchoff et Pierre Bérest. *Manuel de mécanique des roches*, V, Presses des Mines, pp.215-234, 2018, Thermomécanique des roches, 978-2- 35671-465-7.
- [56] Bhat, T., Fortomaris, D., Kandare, E. et al. Properties of thermally recycled basalt fibres and basalt fibre composites. *J Mater Sci* 53, 1933–1944 (2018). <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1672-7>.
- [57] Mouritz AP, Gibson AG (2006) - Fire properties of polymer composite materials. Springer, Dordrecht
- [58] L Zhu, B Sun, H Hub, B Gu - Constitutive equations of basalt filament tows under quasi-static and high strain rate tension, *May 2010 Materials Science and Engineering A* 527(13):3245-3252, DOI:10.1016/j.msea.2010.02.015.

- [59] Ludovic Freund. - Étude du vieillissement hygrothermique des composites renforcés de fibres naturelles : approche expérimentale et modélisation. Matériaux. Université de Lorraine, 2018. Français.
- [60] Jérémie Aucher - Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Autre. INSA de Rouen, 2009. Français.
- [61] C. Oudet - Polymères : structure et propriétés, Masson, 1994, pp. 124-129.
- [62] T. S. Carswell and H. K. Nason, in Symposium on Plastics, (ASTM, Philadelphia, Pa., 1944)
- [63] X. Lefebvre - "Fissuration Fragile Lente du Polyamide 11 : Mécanismes et Durées de Vie en Fluage," Thèse des Mines de Paris, 2002.
- [64] V Girard (2011) - Amélioration d'un procédé propre de production de poudre de Polyamide 11, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [65] F Destaing, P Jouannot-Chesney, M Gomina, J Bréard - Choice between film or powder of PA11 for processing flax fiber-reinforced composites, *Revue des composites et des matériaux avancés = Journal of Composite and Advanced Materials*, 2016, 26 (3-4), pp.435-449. (10.3166/RCMA.26.435-449). (hal-02184741).
- [66] G Haddou (2017) - Structure et propriétés physiques de composites à matrice biosourcé/fibre naturelles continues pour applications aéronautiques, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2017. Français. (NNT : 2017TOU30272). (tel-01948455).
- [67] B. Guérin, Polyamides PA, *Techniques de l'Ingénieur*, a3360, 1-22, 1994.
- [68] Guillaume Boisot. Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du Polyamide 11 pur et renforcé choc. Sciences de l'ingénieur [physics]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009. Français.
- [69] Lizhi Xu - Semi-Crystalline Polymers Applied to Taylor Impact Test: Constitutive, Experimental and FEM Analysis, School of Mechanical Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China.
- [70] G. Serpe, N. Chaupart, and J. Verdu - "Ageing of polyamide 11 in acid solutions" *Polymer (Guildf)*, vol. 38, no. 8, pp. 1911–1917, 1997.
- [71] Mohamed Souheib Chebil, Guillaume Bouaoulo, Pierre Gerard, Salma El Euch, Hervé Issard, et al. Oxidation and unzipping in ELIUM resin: Kinetic model for mass loss. *Polymer Degradation and Stability*, 2021, 186, pp.1-13.
- [72] P. Khalili, B. Blinzler, R. Kádár, R. Bisschop, M. Försth, and P. Blomqvist - "Flammability, smoke, mechanical behaviours and morphology of flame retarded natural fibre/Elium® composite," *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 7, 2019.
- [73] Arthur Monti. Élaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwich à base de constituants naturels. Acoustique. Université du Maine, 2016. Français.

- [74] Tommaso Pini - Fracture behaviour of thermoplastic acrylic resins and their relevant unidirectional carbon fibre composites: rate and temperature effects, Dipartimento di Chimica, Materiali e Ingegneria Chimica "Giulio Natta".
- [75] Giulia Fredi, Andrea Dorigato, Alessandro Pegoretti - Novel Reactive Thermoplastic Resin as a Matrix for Laminates Containing Phase Change Microcapsules, Department of Industrial Engineering and INSTM Research Unit, University of Trento, Trento, Italy.
- [76] Eileen Boissin - Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bordeaux, 2019. Français.
- [77] Gbèssiho Raphaël Kinvi-Dossou - Étude de la résistance à l'impact et de l'endommagement des composites stratifiés à matrice Elium acrylique : caractérisation expérimentale et modélisation numérique multi-échelle. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2018. Français.
- [78] Haithem BEL HAJ FREJ - Étude du comportement mécanique et de la tenue en service de composites recyclables pour application nautique, thèse, IMT Mines Alès.
- [79] EM. Arruda, M.C. Boyce, R. Jayachandran - Effects of strain rate, temperature and thermomechanical coupling on the finite strain deformation of glassy polymers, *Mechanics of Materials* 19 (1995).
- [80] Zhouhua Li, John Lambros - Strain rate effects on the thermomechanical behavior of polymers, *International Journal of Solids and Structures* 38 (2001) 3549 – 3562.
- [81] W. Chen, F. Lu, M. Cheng, W. Chen, F. Lu, M. Cheng - Tension and compression tests of two polymers under quasi-static and dynamic loading, *Polymer Testing* 21 (2002) 113 – 121.
- [82] Hengyi Wu, Gang Ma, Yuanming Xi - Experimental study of tensile properties of PMMA at intermediate strain rate, *Materials Letters*, Volume 58, Issue 29, November 2004, Pages 3681-3685.
- [83] Satyanarayana K. G., Arizaga G. G. C., Wypych F - "Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview". *Progress in Polymer Science*, Vol. 34, pp. 982-1021, 2009.
- [84] Shah D. U - "Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review". *Journal of Materials Science*, Vol. 48, pp. 6083-6107, 2013.
- [85] Birat K. C., Pervaiz M., Faruk O., Tjong J., Sain M - "Green Composite Manufacturing via Compression Molding and Thermoforming". In: Salit MS, Jawaid M, Yusoff NB, Hoque ME, editors. *Manufacturing of Natural Fibre Reinforced Polymer Composites*. Cham: Springer International Publishing; 2015. p. 45- 63.
- [86] Destaing, F., 2012 - Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés. Thèse, Université de Caen.

- [87] Wu, T.-L., Chien, Y.-C., Chen, T.-Y., Wu, J.-H., 2013 - The influence of hot-press temperature and cooling rate on thermal and physicomechanical properties of bamboo particle-polylactic acid composites.
- [88] Yann Lebaupin - Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2016. Français.
- [89] Winifred Obande, Conchúr M. O'Brádaigh, Dipa Ray - Continuous fibre-reinforced thermoplastic acrylic-matrix composites prepared by liquid resin infusion, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108771>
- [90] Philippe Bussetta, Nuno Correia - Numerical forming of continuous fibre reinforced composite material, 2018, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.07.010>:
- [91] Juliette Payan - Etude du comportement de composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue. Mécanique [physics.med-ph]. Université de la Méditerranée - Aix-Marseille II, 2004. Français.
- [92] Poilâne C., Cherif Z. E., Richard F., Vivet A., Ben Doudou B., Chen J - "Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material". *Composite Structures*, Vol. 112, pp. 100-112, 2014.
- [93] Madsen B., Lilholt H - "Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites—an evaluation of the influence of porosity". *Composites Science and Technology*, Vol. 63, pp. 1265-1272, 2003
- [94] Shah D. U - "Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading". *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 83, pp. 160-168, 2016.
- [95] Berthelot J M - *Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures*. Paris, Masson, 1992, 615 p.
- [96] J.A. Nairn et S. Hu (1992) - The initiation and growth of delaminations induced by matrix microcracks in laminated composites. *International Journal of Fracture*, 57(1) :1 – 24.
- [97] S. Ogihara et N. Takeda (1995) - Interaction between cracks and delamination during damage progress in CFRP cross-ply laminates. *Composites Science and Technology*, 45 :395 – 404.
- [98] F. Lagattu et M.C. Lafarie-Frenot (2000) - Variation of peek matrix crystallinity in apc-2 composite subjected to large shearing deformations. *Composites Science and Technology*.
- [99] Patrick Rozycki, Laurent Gornet - Loi de comportement pour matériaux composites thermodures et thermoplastiques dans le cadre de sollicitations de type crash. Colloque MECAMAT Aussois 2015, Jan 2015, Aussois, France.
- [100] Marina Plöckl - Effect of Strain Rate on the Tensile, Compressive, and Shear Response of Carbon-Fiber-Reinforced Thermoplastic Composites, Technische Universität München.

- [101] Allix O, Deü J.F, Ladevèze P - « A delay-damage meso-model for the prediction of localisation and fracture of laminates subjected to high-rate loading. », In: ECCM'99 - Proc. European Conference on Computational Mechanics, Munich, Germany, 31 August - 3 September, 1999.
- [102] Mahmood M. Shokrieh, Majid Jamal Omid - Tension behavior of unidirectional glass/epoxy composites under different strain rates, May 2009, Composite Structures 88(4):595-601, DOI:10.1016/j.compstruct.2008.06.012.
- [103] Hao Cui, Daniel Thomson, Antonio Pellegrino, Jens Wiegand, Nik Petrinic - Effect of strain rate and fibre rotation on the inplane shear response of  $\pm 45^\circ$  laminates in tension and compression tests, September 2016, Composites Science and Technology 135, DOI:10.1016/j.compscitech.2016.09.016.
- [104] Noda, J. & Tamura, Y. & Goda, Koichi. (2014). Strain rate dependence on tensile properties for bamboo fiber thermoplastic polymer composites. 16th European Conference on Composite Materials, ECCM 2014.
- [105] Wenjie Wang, Xuejie Zhang, Nawawi Chouw, Zhongxian Li, Yanchao Shi - Strain rate effect on the dynamic tensile behaviour of flax fibre reinforced polymer, Composite Structures, 2018, p. 135-14.
- [106] Chen W, Hao H, Jong M, Cui J, Shi Y, Chen L, Pham TM - Quasi-static and dynamic tensile properties of basalt fibre reinforced polymer. Compos B Eng 2017; 125:123–33.
- [107] Zhang H, Yao Y, Zhu D, Mobasher B, Huang L - Tensile mechanical properties of basalt fiber reinforced polymer composite under varying strain rates and temperatures. Polym Test 2016; 51 :29–39.
- [108] Pardo S - “Tenue d’assemblages de composites sous sollicitations dynamiques”, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d’Arts et Métiers, 2001
- [109] Hamouda et Hashmi, 1998] Hamouda, A. M. S. et Hashmi, M. S. J. (1998) - Testing of composite materials at high rates of strain: advances and challenges. Journal of Materials Processing Technology, 77(1–3):327–336.
- [110] Field, J. E., Walley, S. M., Proud, W. G., Goldrein, H. T. et Siviour, C. R. (2004) - Review of experimental techniques for high-rate deformation and shock studies. International Journal of Impact Engineering, 30(7):725–775.
- [111] Sato, C. (2011) - Design for Impact Loads. In da Silva, L. F. M., Öchsner, A. et Adams, R. D., éditeurs: Handbook of Adhesion Technology, pages 743–763. Springer Berlin Heidelberg.
- [112] J Liu, Y Li, X Yu, X Gao, Z Liu - Design of aircraft structures against threat of bird strikes, Chinese Journal of Aeronautics, Volume 31, Issue 7, July 2018, Pages 1535-1558
- [113] X Xiao (2008) - Dynamic tensile testing of plastic materials. Polymer Testing, 27:164–178.
- [114] J Berthe (2014) - Comportement thermo-visco-élastique des composites CMO - De la statique à la dynamique grande vitesse. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille.

- [115] Longana, M.L. (2014) Intermediate strain rate testing methodologies and full-field optical strain measurement techniques for composite materials characterisation. University of Southampton, Engineering and the Environment, Doctoral Thesis, 209pp.
- [116] B Bonnet (2005) - Comportement au choc de matériaux composites pour applications automobiles. Thèse de doctorat, Mines Paristech - Centre des matériaux.
- [117] J Fitoussi, F Meraghani et G Hug (2005) - Experimental methodology for high strain rate tensile behavior analysis of polymer matrix composites. *Composite Sciences and Technology*, 65:2174–2188
- [118] S. Nemat-Nasser - Introduction to high strain rate testing, ASM handbook mechanical testing and evaluation. ASM International Ohio USA, 2000, vol. 8.
- [119] Beevers, A. et Ellis, M. D. (1984) - Impact behaviour of bonded mild steel lap joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 4(1):13–16.
- [120] Sawa, T., Suzuki, Y. et Kido, S. (2003) - Stress analysis and strength estimation of butt adhesive joints of dissimilar hollow cylinders under impact tensile loadings. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 17(7):943–965.
- [121] Gómez-del Río, T., Zaera, R., Barbero, E. et Navarro, C. (2005) - Damage in CFRPs due to low velocity impact at low temperature. *Composites Part B: Engineering*, 36(1):41–50.
- [122] Betts Dillon, Sadeghian Pedram and Fam Amir - Development of a test method for strain rate testing of flax FRPS in direct tension. Building Tomorrow's Society Conference, Fredericton, Canada June 2018.
- [123] A. D. Mulliken and M. C. Boyce - "Mechanics of the rate-dependent elasticplastic deformation of glassy polymers from low to high strain rates," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 43, no. 5, pp. 1331–1356, 2006.
- [124] T Poulet, A Bracq, Y Demarty, R Delille, F Lauro, N Bahlouli - Efficient method to predict the strain rate sensitivity of an UHMWPE thin ply composite, August 2023, *Materials Letters* 352(14):135081, DOI:10.1016/j.matlet.2023.135081.
- [125] Vincent Dorleans, Rémi Delille, Delphine Notta-Cuvier, Franck Lauro, Éric Michau - Time temperature superposition in viscoelasticity and viscoplasticity for thermoplastics. *Polymer Testing*, 2021, 101, pp.107287. [ff10.1016/j.polymertesting.2021.107287](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107287).
- [126] Anne-Claire Jeanson, Gilles Avrillaud, Gilles Mazars, François Bay, Elisabeth Massoni, et al. Identification du comportement mécanique dynamique de tubes d'aluminium par un essai d'expansion électromagnétique. CSMA 2013 - 11ème colloque national en calcul des structures, May 2013, Giens, France.
- [127] Temim Zribi, Ali Khalfallah et Hedi BelHadjSalah - Experimental characterization and inverse constitutive parameters identification of tubular materials for tube hydroforming process. *Materials & Design*, vol. 49, no. 0, pages 866 – 877, 2013.
- [128] J. A. Nelder et R. Mead. A Simplex Method for Function Minimization. *The Computer Journal*, vol. 7, no. 4, pages 308–313, 1965.

- [129] K. Spranghers, I. Vasilakos, D. Lecompte, H. Sol et J. Vantomme - Identification of the plastic behavior of aluminum plates under free air explosions using inverse methods and full-field measurements. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 51, no. 1, pages 210 – 226, 2014.
- [130] Julien Nussbaum et Norbert Faderl - Evaluation of strength model parameters from Taylor impact tests. *Procedia Engineering*, vol. 10, no. 0, pages 3453 – 3458, 2011. 11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials (ICM11).
- [131] Eric Markiewicz, Pierre Ducrocq et Pascal Drazetic - An inverse approach to determine the constitutive model parameters from axial crushing of thin-walled square tubes. *International Journal of Impact Engineering*, vol. 21, no. 6, pages 433 – 449, 1998.
- [132] Anis Hor - Simulation physique des conditions thermomécaniques de forgeage et d'usinage - caractérisation et modélisation de la rhéologie et de l'endommagement. PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech, 2011.
- [133] R. Fletcher - Practical methods of optimisation. Wiley-Interscience, 1980.
- [134] L Antoinat, 2014 - Contribution à la caractérisation de la déformation et de la rupture dynamique de structures sous impact, thèse, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers.
- [135] Pierre-Paul Jeunechamps - Simulation numérique, à l'aide d'algorithmes thermomécaniques implicites, de matériaux endommageables pouvant subir de grandes vitesses de déformation. Application aux structures aéronautiques soumises à impact. PhD thesis, Université de Liège, 2008.
- [136] G. R. Johnson and W. H. Cook - "A constitutive model and data for metals subjected to large strain, high strain rates and high temperatures," 7th International Symposium on ballistics proceedings, pp. 541–547, 1983.
- [137] G. R. Johnson and W. H. Cook - "Fracture Characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures," *Engineering fracture mechanics*, vol. 21, pp. 31–48, 1985.
- [138] P. Ludwik - "Element der Technologischen Mechanik," Springer, 1909
- [139] Dayong Hu, Linwei Dang, Chong Zhang and Zhiqiang Zhang - Mechanical Behaviors of Flax Fiber-Reinforced Composites at Different Strain Rates and Rate-Dependent Constitutive Model.
- [140] F. J. Zerilli and R. W. Armstrong - "Dislocation-mechanics-based constitutive relations for materials dynamics calculations," *Journal of Applied Physics*, vol. 61, no. 5, pp. 1816–1826, 1987.
- [141] Shuh Rong Chen, Paul J Maudlin and George T Rusty Gray, October 1998. - Mechanical properties and constitutive relation for molybdenum under high strain rate deformation.
- [142] J. R. Klepaczko, -A practical stress–strain–strain rate–temperature constitutive relation of the power form, *Journal of mechanical work technologie*, vol. 15, pp. 143–165, 1987.
- [143] J. R. Klepaczko, A. Rusinek, J. A. Rodríguez-Martínez, R. B. Pęcherski, and A. Arias - Modelling of thermo-viscoplastic behaviour of DH-36 and Weldox 460-E structural steels

at wide ranges of strain rates and temperatures, comparison of constitutive relations for impact problems,” *Mechanics of Materials*, vol. 41, pp. 599–621, May 2009.

- [144] T. Holmquist et G. Johnson N - Minimum operational performance specification for crash protected airborne recorder systems. *Journal de Physique IV*, vol. 01, no. C3, pages C3 853–C3–860, 1991.
- [145] Weeks, C.A. and Sun, C.T - "Nonlinear Rate Dependence of Thick-Section Composite Laminates", *High Strain Rate Effects on Polymer, Metal and Ceramic Matrix Composites and Other Advanced Materials*, AD-Vol. 48, Y.D.S. Rajapakse and J.R. Vinson, eds., ASME, pp. 81-95, 1995.
- [146] Yoon, K.J. and Sun, C.T - "Characterization of Elastic-Viscoplastic Properties of an AS4/PEEK Thermoplastic Composite", *Journal of Composite Materials*, Vol. 25, pp. 1277-1296, 1991.
- [147] Gates, T.S. and Sun, C.T - "Elastic/Viscoplastic Constitutive Model for Fiber Reinforced Thermoplastic Composites", *AIAA Journal*, Vol. 29, pp. 457-463, 1991.
- [148] Chen, J. L. and Sun, C. T - A plastic potential function suitable for anisotropic fiber composites. *J. Compos. Mater.*, 1993, 27(14), 1379-1390.
- [149] Thiruppukuzhi, S.V. and Sun, C.T - "A Viscoplasticity Model for High Strain Rate Characterization of Polymeric Composites", *Proceedings of the American Society of Composites Twelfth Technical Conference*, R.F. Gibson and G.M. Newaz, eds., Technomic Publishing Co., Lancaster, PA, pp. 450-459, 1997.
- [150] Espinosa, H.D., Lu, H.C., Dwivedi, S.K., and Zavattieri P.D - A Finite Deformation Anisotropic Plasticity Model for Fiber Reinforced Composites.
- [151] Rozycki P - « Contribution au développement de lois de comportement pour matériaux composites soumis à l’impact », Thèse de doctorat, LAMIH Valenciennes, 2000.
- [152] Marguet S - « Contribution à la modélisation du comportement mécanique des structures sandwich soumises à l’impact », Thèse de doctorat, 2007, École centrale Nantes.
- [153] Leaderman H. - Textile materials and the time factor, *Textile Research J.*, vol 11, p. 171, 1941.
- [154] Erwan Baquet - Modélisation thermomécanique visco-hyperélastique du comportement d’un polymère semi-cristallin : application au cas d’une matrice polyamide 6.6. *Matériaux*. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. Français.
- [155] Williams, M.L., R.F. Landel, and J.D. Ferry - The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 1955. 77(14): p. 3701-3707.
- [156] Placet - Conception et exploitation d’un dispositif expérimental innovant pour la caractérisation du comportement viscoélastique et de la dégradation thermique du bois dans des conditions sévères, thèse, 2006.

- [157] Akay, Rollins - Transition broadening and WLF relationship in polyurethane/poly(methyl methacrylate) interpenetrating polymer networks, *Polymer* Volume 34, Issue 5, March 1993, Pages 967-971
- [158] M. Rallo, J.F. Ferrero, S. Marguet, P. Navarro, K. Le Meur - A coupled experimental-numerical method dedicated to the dynamic characterization of composite braids under drop weight conditions
- [159] M Boulanghien (2014) – Formulations de composites thermoplastiques à partir de fibres de carbone recyclées par vapo-thermolyse. Thèse de doctorat, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux.
- [160] W. Liese. (1987) - Research on bamboo. *Wood and Science Technology*, 21(3), 189-209.
- [161] Dixon PG, Gibson LJ. The structure and mechanics of Moso bamboo material. *J R Soc Interface*. 2014 Oct 6;11(99):20140321. doi: 10.1098/rsif.2014.0321. PMID: 25056211; PMCID: PMC4233722.
- [162] M.K. Habibi, A.T. Samaei, B. Gheshlaghi, J. Lu, Y. Lu - Asymmetric flexural behavior from bamboo's functionally graded hierarchical structure: underlying mechanisms, *Acta Biomater.*, 16 (2015), pp. 178-186.
- [163] Y. Yu, B. Fei, B. Zhang, X. Yu - Cell-wall mechanical properties of bamboo investigated by in-situ imaging nanoindentation, *Wood Fiber Sci.*, 39 (2007), pp. 527-535
- [164] M.K. Habibi, L. Tam, D. Lau, Y. Lu - Viscoelastic damping behavior of structural bamboo material and its microstructural origins, *Mech. Mater.*, 97 (2016), pp. 184-198.
- [165] Cefic, Poly methyl methacrylate (PMMA), Eco-profiles and Environmental Product Declarations of the European Plastics Manufacturers, January 2015.

## Comportement dynamique des composites à fibres naturelles et résines thermoplastiques : étude de la sensibilité à la vitesse de déformation

---

### Résumé

Ces travaux visent à explorer le comportement des composites à matrice thermoplastique renforcée de fibres naturelles en examinant leur réponse à la vitesse de déformation lors de sollicitations en traction, en se concentrant particulièrement sur la variation du module d'élasticité longitudinal pour les composites à  $0^\circ$  et du module d'élasticité en cisaillement pour les stratifiés à  $\pm 45^\circ$ . En utilisant des fibres de bambou, de lin et de basalte comme renforts unidirectionnels et le polyamide-11 semi-cristallin ainsi que la résine amorphe ELIUM comme matrices, diverses campagnes expérimentales ont été menées pour caractériser les matériaux. Des tests de traction statiques et dynamiques sont effectués à l'aide d'équipements électromécaniques, DMA et tours de chute. De nombreuses simulations numériques explicites sont utilisées afin d'analyser les données expérimentales. Les résultats révèlent que les composites avec des plis à  $0^\circ$  montrent une sensibilité limitée aux vitesses de déformation inférieures à  $100 \text{ s}^{-1}$ , les composites en bambou et en lin présentant peu de variations du module de Young, tandis que les composites renforcés de basalte montrent une légère augmentation. Cependant, les composites avec un empilement à  $\pm 45^\circ$  affichent une sensibilité accrue, principalement influencée par la résine. Cette investigation exhaustive fournit des informations sur le comportement de ces composites à fibres naturelles et polymères thermoplastiques sous différentes vitesses de chargement, guidant leur optimisation et application.

---

Mots-clés : Fibre Naturelle, Thermoplastique, Simulation Numérique Explicite, Caractérisation Dynamique, Loi utilisateur VUMAT.

## Dynamic Behavior of Natural Fiber-Reinforced Thermoplastic Composites: Study of Strain Rate Sensitivity

---

### Abstract

These works aim to explore the behavior of thermoplastic matrix composites reinforced with natural fibers by examining their strain rate response under tensile loading, focusing particularly on the variation of the longitudinal elastic modulus for  $0^\circ$  composites and the shear modulus for  $\pm 45^\circ$  laminates. Using bamboo, flax, and basalt fibers as unidirectional reinforcements and semi-crystalline polyamide-11 as well as amorphous ELIUM resin as matrices, various experimental campaigns were conducted to characterize the materials. Static and dynamic tensile tests were performed using electromechanical equipment, DMA, and drop towers. Numerous explicit numerical simulations were employed to analyze the experimental data. The results reveal that  $0^\circ$  plies exhibit limited sensitivity to strain rates below  $100 \text{ s}^{-1}$ , with bamboo and flax composites showing little variation in Young's modulus, while basalt-reinforced composites display a slight increase. However, composites with  $\pm 45^\circ$  stacking exhibit increased sensitivity, primarily influenced by the resin. This comprehensive investigation provides insights into the behavior of these natural fiber-reinforced thermoplastic polymer composites under different loading rates, guiding their optimization and application.

---

Keywords: Natural Fiber, Thermoplastic, Explicit Numerical Simulation, Dynamic Characterization, VUMAT User Law