



**HAL**  
open science

# Caractérisation du comportement d'un composite biosourcé intégrant une couche viscoélastique

Firas Meddeb

► **To cite this version:**

Firas Meddeb. Caractérisation du comportement d'un composite biosourcé intégrant une couche viscoélastique. Acoustique [physics.class-ph]. Le Mans Université; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2024. Français. NNT : 2024LEMA1032 . tel-04921143

**HAL Id: tel-04921143**

**<https://theses.hal.science/tel-04921143v1>**

Submitted on 30 Jan 2025

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

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

# THESE DE DOCTORAT



**Ecole Nationale  
d'Ingénieurs de  
Sfax**

DE  
**LE MANS UNIVERSITE**  
SOUS LE SCEAU DE  
LA COMUE ANGERS – LE MANS

ECOLE DOCTORALE N° 602  
*Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes*  
Spécialité : *Acoustique / Mécanique*

Par

**Firas MEDDEB**

## «Caractérisation du comportement d'un composite biosourcé intégrant une couche viscoélastique»

Thèse présentée et soutenue à Le Mans Université, le 16/12/2024  
Unité de recherche : LAUM - Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans - UMR CNRS 6613  
Thèse N°: 2024LEMA1032

### Rapporteurs avant soutenance :

Olga KLINKOVA	Professeur des Universités, ISAE-Supméca
Fakher BOUCHOUCHA	Maître de Conférences-HDR, Institut préparatoire aux études d'ingénieur de Nabeul (IPEIN), Université de Carthage

### Composition du Jury :

Président :	Abdelghani SAOUAB	Professeur des Universités, Université Le Havre
Examineurs :	Alexandre VIVET	Professeur des Universités, Université de Caen Basse Normandie
Dir. de thèse :	Abderrahim EL MAHI Mohamed Amine BEN SOUF	Professeur des Universités, Le Mans Université Professeur des Universités, ENIS, Université de Sfax
Co-dir. de thèse :	Jean Luc REBIERE	Maître de conférences HDR, Le Mans Université
Co-encadrant :	Mohamed HADDAR	Professeur des Universités, ENIS, Université de Sfax



## **Dédicaces**

*Je dédie ce modeste travail en guise de ma profonde reconnaissance et gratitude*

### **À MES CHERS PARENTS**

*C'est avec le cœur ému que je dédie cette thèse à mes chers parents, **Baya** et **Monji**, pour leurs affections inépuisables. Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitte jamais assez.*

### **À MES CHERS ET ADORABLES FRERES**

*Azer, Wassim et Chaher*

*En témoignage de mon affection fraternelle, de ma profonde tendresse et reconnaissance, je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde.*

### **À MA CHÈRE FIANCÉE**

*Wiem*

*Ton amour ne m'a procuré que confiance et stabilité. Tu as partagé avec moi les meilleurs moments de ma vie, aux moments les plus difficiles de ma vie. Tu étais toujours à mes côtés, Je te remercie de ne m'avoir jamais déçue. Veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et mon affection la plus sincère.*

### **À MES CHERS BEAUX-PARENTS**

*Souad et Hfaiedh*

*Votre soutien constant a illuminé mon parcours. Votre sagesse et vos encouragements ont été des piliers essentiels de ma réussite. Je vous dédie ce travail en gage de ma profonde gratitude et de mon affection.*

### **À MES CHERES AMIES**

*Marwene, Yassine, Achref et Asma*

*En souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables que nous avons passés ensemble. Veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon affection la plus sincère*

### **À MA DEUXIEME FAMILLE EN France**

*Najah, Mohammed, Khouloud, Sid Ali et Hiba*

*Vous êtes devenu une deuxième famille à l'étranger. Vous restez dans mon cœur, affectueusement. Que vous trouvez ici, le témoignage de tout mon amour et toute ma reconnaissance pour votre inlassable soutien. Je vous souhaite une vie pleine de réussite, de santé et de bonheur*

## Remerciements

*Ce travail de thèse a été effectué dans le cadre d'une collaboration de cotutelle entre le Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Productique « LA2MP » de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax (Tunisie) et le Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans « LAUM » (France). Cette thèse est l'aboutissement d'un long cheminement au cours duquel j'ai bénéficié de l'encadrement, des encouragements et du soutien de plusieurs personnes, à qui je tiens à dire profondément et sincèrement merci.*

*Tout d'abord, Je tiens à remercier vivement mes directeurs de thèse côtés Français, Monsieur **EL MAHI Abderrahim** et Monsieur **REBIÈRE Jean-Luc**, pour leurs soutiens, leurs disponibilités durant ces années ainsi que pour leurs précieux conseils qui ont permis de mener à bien ce travail. Je tiens à exprimer également ma reconnaissance et ma profonde gratitude à mes directeurs de thèse coté Tunisien Monsieur **BEN SOUF Mohamed Amin** et Monsieur **HADDAR Mohamed**, leurs aides, leurs collaborations ainsi que leurs conseils avisés. J'adresse mes remerciements également aux directeurs de laboratoire Monsieur **DAZEL Olivier** et Monsieur **HADDAR Mohamed**, pour avoir facilité toutes démarches administratives et financières de la thèse. J'exprime ma gratitude à Monsieur **GENDLI Zouheir** pour son soutien, ses aides. Je remercie Madame **DAOUD Hajer** pour avoir suivi mon travail et pour ses précieux conseils.*

*De même, je remercie Madame **KLINKOVA Ogla**, Professeure des universités à SUPMECA, et Monsieur **BOUCHOUCHA Fakher**, Maître de conférences à l'université de Carthage, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail et pour tout l'intérêt qu'ils ont porté à mes recherches. J'adresse également mes remerciements à Monsieur **SOUAB Abdelghani**, Professeur à l'université du Havre, pour avoir accepté de présider le jury de thèse, ainsi qu'à Monsieur **VIVET Alexandre**, Professeur à l'Université de Caen Basse Normandie, pour m'avoir fait l'honneur d'examiner et de juger mes travaux.*

## Table des matières

<b>Introduction générale</b> .....	4
<b>1. Chapitre 1 : Etude bibliographique</b> .....	7
1.1. Préambule.....	8
1.2. Définition et composition des matériaux composites .....	8
1.2.1. La matrice .....	9
1.2.1.1. Nature du liant.....	9
1.2.1.2. Comportement thermique .....	10
1.2.1.3. Les différentes familles.....	10
1.2.2. Le renfort .....	11
1.2.2.1. Les fibres de verre.....	14
1.2.2.2. Les fibres de carbone .....	14
1.2.2.3. Les fibres aramides .....	14
1.2.2.4. Les fibres naturelles .....	14
1.2.2.5. Charges et particules .....	15
1.2.3. Propriétés et avantages des matériaux composites .....	15
1.2.4. Domaines d'application des composites .....	16
1.2.5. Enjeux et perspectives.....	17
1.3. Matériaux viscoélastiques .....	17
1.3.1. Les matériaux viscoélastiques et notion d'amortissement.....	18
1.3.2. Principes fondamentaux en viscoélasticité .....	18
1.3.3. Dépendance en fréquence et en température des matériaux viscoélastiques .....	19
1.4. Mise en œuvre des composites.....	22
1.4.1. Procédés de mise en œuvre .....	22
1.4.2. La fabrication additive .....	23
1.5. Contrôles des vibrations.....	25
1.5.1. Méthodes actives.....	25
1.5.2. Méthodes passive .....	26
1.6. Caractéristiques thermiques .....	28
1.6.1. Acide Poly Lactique (PLA) .....	28
1.6.2. Lin / PLA .....	28
1.6.3. Couche viscoélastique en Polyuréthane Thermoplastique (TPU) .....	30
1.7. Essai d'impact sur les composites.....	33
1.8. Conclusion et position du problème.....	34

<b>Chapitre 2 : Matériaux et outils d'analyse</b> .....	35
2.1. Introduction.....	36
2.2. Choix des matériaux.....	37
2.2.1. Choix de la fibre.....	37
2.2.2. Choix de la matrice .....	38
2.3. Composite biosourcé.....	39
2.3.1. Les fibres de lin.....	39
2.3.2. Matrice PLA.....	39
2.4. Couche viscoélastique.....	41
2.5. Désignation et procédé de fabrication.....	41
2.5.1. Désignation .....	41
2.5.2. Procédé de fabrication.....	42
2.6. Caractérisation mécanique en statique .....	43
2.6.1. Essai de traction .....	44
2.6.2. Essai de flexion.....	45
2.7. Caractérisation mécanique en fatigue .....	46
2.7.1. Essais fatigue jusqu'à la rupture .....	47
2.7.2. Essais de fatigue cycliques avec palies .....	47
2.8. Caractérisation vibratoire .....	48
2.9. Caractérisation sous impact.....	50
2.10. Comportement en traction statique des constituants et du composite.....	52
2.10.1. Protocole expérimental .....	52
2.10.2. Résultats et interprétations .....	53
2.11. Conclusion.....	55
<b>Chapitre 3 : Effet de l'intégration d'une couche viscoélastique sur les</b> <b>propriétés mécaniques</b> .....	56
3.1. Introduction.....	57
3.2. Comportement des composites en statique .....	58
3.2.1. Procédure expérimentale.....	58
3.2.2. Résultats et interprétations .....	59
3.3. Comportement des composites en fatigue.....	62
3.3.1. Fatigue jusqu'à rupture .....	63
3.3.1.1. Procédure d'essai.....	63
3.3.1.2. Comportement en fatigue.....	63

3.3.1.3.	Durée de vie .....	65
3.3.2.	Fatigue cyclique par palier .....	67
3.3.2.1.	Procédure d'essai .....	67
3.3.2.2.	Résultats et interprétations .....	67
3.4.	Comportement des composites en vibration .....	71
3.4.1.	Fonction de réponse en fréquence (FRF) .....	71
3.4.2.	Facteur de perte .....	72
3.4.3.	Module de Young .....	73
3.4.4.	Discussions .....	74
3.5.	Conclusions .....	78
	<b>Chapitre 4: Influence de la température sur le comportement mécanique</b> .....	<b>79</b>
4.2.	Influence de la température sur le comportement en statique .....	80
4.2.1.	Procédure expérimentale .....	80
4.2.2.	Résultats .....	81
4.3.	Influence de la température sur le comportement en fatigue : .....	85
4.3.1.	Effet sur la raideur .....	85
4.3.2.	Effet sur coefficient d'amortissement .....	87
4.4.	Influence de la température sur comportement vibratoire .....	89
4.4.1.	Dispositif expérimental .....	89
4.4.2.	Résultats .....	90
4.4.2.1.	Effet sur la FRF .....	90
4.4.2.2.	Effet sur le facteur de perte .....	91
4.4.2.3.	Effet sur le module de Young .....	94
4.5.	Conclusion .....	96
	<b>Chapitre 5. Comportement du composite sous impact</b> .....	<b>98</b>
5.1.	Introduction .....	99
5.2.	Procédure expérimentale .....	100
5.3.	Endommagements externes et internes des composites soumis à l'impact .....	101
5.3.1.	Endommagements externes .....	101
5.3.2.	Influence de l'énergie d'impact .....	102
5.3.3.	Endommagements internes .....	107
5.4.	Procédure de préparation des échantillons .....	108
5.4.1.	Protocole de l'enrobage .....	108
5.4.2.	Protocole de polissage .....	109



5.5.	Observation à l'échelle mésoscopique.....	109
5.6.	Observation à l'échelle microscopique.....	115
5.7.	Synthèse .....	118
5.8.	Conclusion.....	119
	<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>120</b>
	<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>123</b>

## Liste des figures

Figure 1-1: Composite et ses constituants. ....	8
Figure 1-2 : Composite à renfort de particules [30]. ....	15
Figure 1-3 : Module et facteur de perte en fonction de la température. ....	20
Figure 1-4 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la fréquence et de la température [40]. ....	21
Figure 1-5 : Processus d'impression 3D [53]. ....	24
Figure 1-6: Déformation de la couche viscoélastique : a) cas de couche non contrainte, b) cas de couche contrainte [78]. ....	27
Figure 1-7: DSC du PLA pur et ses composites avec des fibres de lin [93]. ....	29
Figure 1-8: Module dynamique du PLA et ses composites Lin / PLA [93]. ....	30
Figure 1-9: Courbes : a) DSC et b) DMA de filaments de TPU en fonction de la empérature[94]. ....	32
Figure 2-1 Carte desélection des fibres. ....	38
Figure 2-2 : Carte de sélection des Matrices. ....	38
Figure 2-3 : Bobine PLA / Lin. ....	40
Figure 2-4. Bobines de TPU Shore a 85. ....	41
Figure 2-5: Empilement de couches. ....	42
Figure 2-6: Imprimante 3D : RAISED 3D 2 PLUS. ....	43
Figure 2-7: Dispositif expérimental de traction. ....	45
Figure 2-8: Diapositif expérimental de l'essai de flexion trois points dans l'enceinte climatique. ....	46
Figure 2-9 : Signal sinusoïdal d'un essai de fatigue en déplacement contrôlé. ....	47
Figure 2-10: Essai cyclique. ....	48
Figure 2-11 : Exemple typique d'un cercle d'interpolation pour la méthode de Circle-Fitting. ....	49
Figure 2-12: Méthode de la bande passante : a) Exemple typique d'un FRF, b) Mesure à -3dB. ....	49
Figure 2-13: Courbe de la force en fonction du déplacement. ....	51
Figure 2-14: Courbe de l'énergie absorbée en fonction du temps. ....	51
Figure 2-15: Dispositif expérimental de traction : a) vue d'ensemble et b) vue en détail. ....	53

Figure 2-16: Évolution de la contrainte en fonction de la déformation : a) composite Lin /PLA et b) caoutchouc .....	54
Figure 2-17: Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour CVC <sub>1</sub> .....	54
Figure 3-1: Dispositif expérimental de flexion trois points .....	58
Figure 3-2: Courbes charge/flèche : effet de l'insertion de la couche viscoélastique. ....	59
Figure 3-3: Effet de l'épaisseur et de l'empilement des couches sur la raideur. ....	61
Figure 3-4: Effet des empilements et des épaisseurs de couches viscoélastiques sur : a) la contrainte maximale de flexion $\sigma_{\max}$ et b) la contrainte maximale de cisaillement $\tau_{\max}$ . ....	62
Figure 3-5: Evolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles : a) échelle linéaire et b) échelle semi-logarithmique. ....	64
Figure 3-6: Evolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles des différents composites. ....	65
Figure 3-7: Durée de vie en fatigue des différents composites. ....	66
Figure 3-8 : Évolution de la raideur en fonction du niveau de chargement. ....	68
Figure 3-9: Evolution des cycles d'hystérésis à différents déplacements moyens. ....	69
Figure 3-10 : Évolution du facteur d'amortissement en fonction du niveau de chargement .....	70
Figure 3-11: FRF expérimentales : a) effet de l'insertion d'une couche viscoélastique et b) composites avec deux couches viscoélastiques. ....	72
Figure 3-12 : Evolution du facteur de perte ( $\eta$ ) en fonction de la fréquence : a) influence de la séquence d'empilement et b) influence de l'épaisseur de la couche viscoélastique. ....	73
Figure 3-13 : Evolution du module de Young (E) en fonction de la fréquence : a) influence de la séquence d'empilement et b) influence de l'épaisseur de la couche viscoélastique .....	74
Figure 3-14: Evolution du facteur de perte des différents composites .....	76
Figure 3-15: Evolution du module de Young des différents composites.....	77
Figure 4-1: Essai de flexion trois points : a) enceinte thermique et b) dispositif d'essai .....	81
Figure 4-2: Courbes de chargement / flèche des composites à différentes températures et différents composites : a) C, b) CVC <sub>1</sub> , c) CVC <sub>1,5</sub> , d) CVC <sub>2</sub> , e) CVCVC <sub>1</sub> , f) CVCVC <sub>1,5</sub> et g) CVCVC <sub>2</sub> .....	83

Figure 4-3: Effet de la température sur les caractéristiques statiques : a) la raideur (k), b) contrainte maximale de flexion ( $\sigma_{max}$ ), et c) la contrainte maximale de cisaillement ( $\tau_{max}$ ) .....	84
Figure 4-4: Evolution de la raideur en fonction du déplacement moyen à différentes températures : a) 30°C, b) 40°C et c) 50°C.....	87
Figure 4-5: Evolution du coefficient d'amortissement en fonction du déplacement moyen à différentes températures : a) 30°C, b) 40°C et c) 50°C.....	88
Figure 4-6: Courbes FRF à différentes températures : a) 20°C, b) 30°C, c) 40°C et d) 50 °C .....	90
Figure 4-7: Amortissement en vibration des composites pour différentes températures et différents modes : a) 1 <sup>er</sup> mode, b) 2 <sup>ème</sup> mode, c) 3 <sup>ème</sup> mode et d) 4 <sup>ème</sup> mode.....	93
Figure 4-8: Evolution du module de Young dynamique des composites pour différentes températures et différents modes : a) 1 <sup>er</sup> mode, b) 2 <sup>ème</sup> mode, c) 3 <sup>ème</sup> mode et d) 4 <sup>ème</sup> mode.....	95
Figure 5-1: Tour de chute : a) vue d'ensemble, b) impacteur et c) échantillon. ....	100
Figure 5-2: Face impactée des composites impactés sous différentes énergies.....	102
Figure 5-3: Résultats caractéristiques de l'influence de l'énergie d'impact : a) courbes déplacement/temps, b) courbes force/temps, c) courbes force/déplacement et d) les principales grandeurs caractéristiques d'un essai.....	104
Figure 5-4: Evolution des différentes grandeurs caractéristiques d'un essai d'impact : a) force maximale, b) déplacement maximale, c) énergie absorbée et d) énergie élastique.....	106
Figure 5-5: Schématisation du mode d'endommagement d'impact caractéristique dans les composites [149]. ....	108
Figure 5-6. Echantillons enrobés. ....	108
Figure 5-7: Echantillon de composite C non impacté.....	109
Figure 5-8: Interface composite Lin/PLA et couche viscoélastique non impacté. ....	110
Figure 5-9: Echantillon de composite CVC <sub>2</sub> impacté à 5J. ....	112
Figure 5-10: Echantillon de composite C testé à 10 J.....	112
Figure 5-11: Echantillon de composite CVC <sub>1</sub> testé à 10 J .....	113
Figure 5-12: Echantillon de composite CVCVC <sub>2</sub> impacté à 15 J.....	114
Figure 5-13. Echantillon de composite CVC <sub>2</sub> impacté à 15 J.....	114

Figure 5-14: Echantillon de composite C non impacté.....	116
Figure 5-15: Echantillon de composite C impacté à 5J. ....	116
Figure 5-16: Échantillon de composite CVC <sub>2</sub> non impacter: a) coupe perpendiculaire à l'interface C/V b) coupe parallèle à l'interface C/V.....	117
Figure 5-17: Échantillon de composite CVC <sub>2</sub> impacté à 10J. ....	118
Figure 5-18: Échantillon de composite CVC <sub>1</sub> impacté à 15J. ....	118

## Liste des tableaux

Tableau 1-1: Propriétés physiques et mécaniques des fibres [18–21].	13
Tableau 1-2: Propriétés thermiques et fraction de cristallinité ( <i>XCC</i> ) du PLA et de composites [93].	29
Tableau 1-3: Résultats DSC et DMA de la TPU[94].	33
Tableau 2-1: Propriétés des fibres de lin [110,111].	39
Tableau 2-2: Propriétés principales de la matrice en PLA [120].	40
Tableau 2-3: Propriétés de la couche viscoélastique TPU.	41
Tableau 2-4: Désignation des matériaux.	42
Tableau 2-5: Paramètres d'impression	43
Tableau 2-6: Propriétés mécaniques des échantillons déduites des essais de traction	53
Tableau 3-1: Dimensions des éprouvettes pour les essais de flexion	58
Tableau 3-2: Paramètres expérimentaux des différents essais de fatigue	67

## Nomenclature

<i>CMO</i>	Composites à matrice organique
<i>CMM</i>	Composites à matrice métallique
<i>CMC</i>	Composites à matrice céramique
$CO_2$	Dioxyde de carbone
$\mathcal{F}$	Fonction relie la déformation
$\mathcal{G}$	Fonction relie la contrainte
$\sigma_{ij}$	Contrainte
$\varepsilon_{ij}$	Déformation
$R^*$	Module opérationnel
$E^*$	Module de Young complexe
$G^*$	Module de cisaillement complexe
$\eta$	Facteur de perte
$E'$	Module de stockage
$\alpha_T$	Facteur de décalage
$\omega$	Fréquence
$T$	Température
$C_i^0$	Constantes
$R$	Constante de gaz parfaits
$E_\alpha$	L'énergie nécessaire pour que les atomes
<i>CAO</i>	Conception assistée par ordinateur
<i>PLA</i>	Acide polylactique
<i>FA</i>	Fabrication additive
<i>3D</i>	Trois dimensions
$K_e$	Paramètre empirique
$M_n$	Masse molaire
$D$	Fraction d'énantiomère
$T_g$	Température de transition vitreuse
$X_{cc}$	Fraction de cristallinité
$X_D$	Dégré de cristallinité.
<i>PF</i>	Pourcentage de fibre
$T_{CC}$	Température de cristallisation à froid
$T_m$	Température de fusion
<i>DSC</i>	Analyse calorimétrique différentielle
$\Delta H_m$	Enthalpie de fusion
<i>DMTA</i>	Dynamic Mechanical Thermal Analysis

<i>TPU</i>	Polyuréthane thermoplastique
<i>SS</i>	Fusion des segments souples
<i>HS</i>	Fusion des segments durs
$\Delta H$	Enthalpie
$\tan(\delta)$	Indicateur de la déformation viscoélastique
$T_{flex}$	Température de flexion
$T_{flow}$	La température d'écoulement
<i>CES</i>	Cambridge E Selector
<i>PHA</i>	Acides poly-hydroxylés
$E''$	Module de perte
$E$	Module de Young
$\rho$	Densité
$\epsilon_r$	Déformation à la rupture
$\sigma_r$	Contrainte à la rupture
$A$	Allongement à la rupture
<i>TPE</i>	Elastomères thermoplastiques
$V$	Couche viscoélastique
$C$	Composite de Lin / PLA
$CVC_t$	Deux couches de Lin / PLA, séparées par une couche viscoélastique
$CVCVC_t$	Trois couches de Lin / PLA, séparées par deux couches viscoélastiques
$t$	L'épaisseur totale de la couche viscoélastique
$e$	Épaisseur totale du composite
$d_m$	Déplacement moyen
$d_a$	Amplitude du déplacement
$R_d$	Rapport de déplacement
$r$	Niveau de déplacement
<i>FRF</i>	Fonction de Réponse en Fréquence
$\eta_i$	Coefficient d'amortissement
$\Delta f_i$	Bande passante
$f_{i1}$	Fréquence d'intersection
$E_i$	Energie d'impact
$m$	Masse de l'impacteur
$h$	Hauteur de la chute
$g$	Accélération de la pesanteur
$V_0$	Vitesse à l'instant juste avant l'impact
$R_{max}$	Résistance à la traction maximale
$K$	Raideur
$\sigma_{max}$	Contrainte maximale en flexion
$F$	Charge maximale



$d$	Distance entre les appuis
$b$	Largeur d'éprouvette
$t_f$	Epaisseur de la couche externe
$t_c$	Epaisseur de couche interne
$\tau_{max}$	Contrainte maximale en cisaillement
$F_{max}$	Charge maximale appliquée
$F_{0max}$	Charge maximale initiale
$N_R$	Nombre de cycles nécessaire à la rupture complète
$N_s$	Nombre de cycles à la fin du domaine linéaire
$E_p$	Energie potentielle maximale
$E_r$	Energie restituée
$E_d$	Energie dissipée
$\eta_f$	Coefficient d'amortissement en fatigue
$f_i$	Fréquence de résonance moyenne du <i>nième</i> mode
$L$	Longueur des poutres
$C_i$	Constante dépendant des conditions aux limites
$D_{max}$	Déplacement maximal
$D_r$	Déplacement résiduel
$E_{éla}$	Energie élastique restituée
$E_a$	Energie absorbée

## **Introduction générale**

Les matériaux composites se révèlent incontournables dans une multitude de domaines allant de l'aéronautique au génie civil mais aussi dans les secteurs du sport ou des loisirs en combinaison performance et légèreté, résistance et complexité géométrique, qui sont des choix naturels pour satisfaire aux exigences de performance et d'innovation croissantes. Il est nécessaire de répondre aux enjeux environnementaux en d'employant une autre voie prometteuse qui est celle des composites biosourcés. En constituant une réponse à ces enjeux de développement durable et en faisant usage de ressources naturelles renouvelables, ces nouveaux matériaux deviennent une éco-alternative crédible aux composites classiques à base des fibres synthétiques en réduisant à la fois l'empreinte carbone et l'impact environnemental de l'industrie du composite. Les fibres naturelles, telles que le lin, le chanvre ou le bois, présentent des propriétés mécaniques importantes qui les rendent comparables, voire supérieures, à des fibres synthétiques. En raison de leur légèreté, de leur résistance mécanique et de leur biodégradabilité, ces nouveaux matériaux sont bien placés pour fabriquer des matériaux respectueux de l'environnement. De nouvelles perspectives économiques responsables sont créées par l'évolution des matériaux composites biosourcés. Par exemple en valorisant les produits agricoles locaux, le secteur en expansion favorise la création d'emplois et la vitalité des régions, tout en contribuant à la transition écologique. L'objectif de cette recherche est de concevoir des composites de nouvelle génération en exploitant les synergies de la viscoélasticité et des matériaux biosourcés. L'objectif est de répondre aux défis de performance et de durabilité tout en offrant des solutions innovantes en matière d'amortissement des vibrations. L'insertion d'une couche viscoélastique conduit à la dissipation de l'énergie au sein des composites étudiés dans cette recherche. En exploitant les propriétés viscoélastiques du caoutchouc, la structure dissipe les vibrations par cisaillement, réduisant ainsi les nuisances sonores et les risques de fatigue structurelle. L'association des propriétés mécaniques du composite et des propriétés d'amortissement du matériau viscoélastique offre des perspectives prometteuses pour le développement des matériaux innovants.

Dans le premier chapitre, une bibliographie définissant les matériaux composites est proposée, notamment leur composition qui se constitue d'une matrice et d'un renfort, ainsi que les propriétés viscoélastiques de ces matériaux qui sont indispensables pour améliorer l'amortissement des vibrations. Dans ce chapitre, les moyens mise en œuvre pour améliorer les

performances vibratoires sont expliqués. Enfin, les propriétés thermiques du PLA et de ses biocomposites sont détaillées. Les tests d'impact sont ensuite présentés, car ils constituent un moyen d'estimer la résistance des composites face aux chocs.

Le deuxième chapitre aborde la phase du choix des matériaux ainsi que des outils d'analyse des composites biosourcés (fibres de lin - PLA). L'intégration des couches viscoélastiques de polyuréthane thermoplastique (TPU) est également examinée. L'impression 3D est utilisée pour produire des composites avec et sans couches viscoélastiques en superposant couche par couche les matériaux imprimés. Cela permet de faciliter le contrôle de l'homogénéité et l'optimisation des paramètres de fabrication (température, vitesse d'impression, etc). Une description des outils d'analyse présente les essais de traction et de flexion permettant d'évaluer la résistance et la rigidité statique des échantillons, ainsi que des tests de fatigue pour identifier le comportement sous charges cycliques dans un deuxième temps. Les couches viscoélastiques sont utilisées pour améliorer le comportement dynamique des structures en analysant la fonction de réponse en fréquence (FRF) et en mesurant les facteurs d'amortissement. L'analyse de la résistance des composites aux charges dynamiques est réalisée à partir des tests d'impact et en examinant les mécanismes d'endommagement tels que la fissuration et les délaminages. Ces outils contribuent à une évaluation détaillée des performances des composites à base de lin et de PLA, qu'ils soient avec de couches viscoélastiques ou non.

Le chapitre trois traite l'influence des couches viscoélastiques sur les caractéristiques mécaniques des composites imprimés. Cette étude se concentre principalement sur l'analyse de l'effet de ces couches sur des propriétés essentielles comme la rigidité, la résistance mécanique et l'amortissement. Les matériaux composites avec des couches viscoélastiques offrent la capacité d'absorber et de dissiper les contraintes extérieures. Différents essais expérimentaux sont effectués pour évaluer ces caractéristiques. Ces tests impliquent des empilements et des épaisseurs de couches variées, se doit renforcer et compléter notre compréhension de l'effet de ces paramètres sur le comportement global des composites. L'épaisseur des couches viscoélastiques et leur empilement déterminent l'effet des vibrations et la résistance du matériau affectent l'efficacité de l'absorption de ces vibrations. L'objectif de ces analyses est de trouver les meilleures combinaisons des épaisseurs et des empilements de couches viscoélastiques pour optimiser les performances du composite en prenant en considération la rigidité requise tout en améliorant la capacité d'amortissement, un élément essentiel pour des applications où la gestion des vibrations est requise.

Dans le quatrième chapitre, nous examinons l'influence des variations de température sur les caractéristiques mécaniques des composites en Lin/PLA, avec ou sans couches viscoélastiques. L'objectif des essais est d'évaluer l'effet de la température (20°C, 30°C, 40°C et 50°C) sur la rigidité, la résistance à la fatigue et le comportement vibratoire. L'analyse de la rigidité et des contraintes maximales lors de la flexion statique est effectuée. L'analyse de fatigue évalue les variations de la rigidité et du coefficient d'amortissement en fonction de la température. En outre, l'étude vibratoire se penche sur l'effet thermique sur les fréquences de résonance et l'amortissement des vibrations. L'objectif du dispositif expérimental est de maintenir la température souhaitée lors de ses tests.

Dans le cinquième chapitre est abordé le comportement des composites sous charge d'impact. Il englobe les mécanismes d'endommagement, la résistance aux impacts et la capacité à absorber l'énergie, indispensables pour leur durabilité dans les situations réelles. Avec des essais d'impact à différents niveaux énergies (5 J, 10 J, 15 J, 20 J). En utilisant l'observation mésoscopique, on peut constater les interstices et les interfaces entre les couches, tandis que l'analyse microscopique met en évidence des détails plus fins de la dégradation. L'importance des couches viscoélastiques est mise en évidence par ces observations, car elles semblent jouer un rôle protecteur en ralentissant la propagation des fissures et en provoquant des décohésions inter-couches.

Ce travail présente une étude qui a pour le but d'améliorer les propriétés des composites biosourcés en insérant une couche viscoélastique. Pour obtenir un meilleur niveau d'amortissement des vibrations, il est nécessaire de déterminer la bonne combinaison des différentes épaisseurs de couches, les séquences d'empilement et les températures. Cette approche permettra de développer des matériaux innovants sur mesure, adaptés à des applications spécifiques.

Enfin, tous les résultats obtenus sont synthétisés dans la conclusion générale de ce manuscrit dont des perspectives sont proposées.

## **Chapitre 1 : Etude bibliographique**

1.1.	Préambule.....	8
1.2.	Définition et composition des matériaux composites .....	8
1.3.	Matériaux viscoélastiques .....	17
1.4.	Mise en œuvre des composites.....	22
1.5.	Contrôles des vibrations.....	25
1.6.	Caractéristiques thermiques .....	28
1.7.	Essai d'impact sur les composites.....	33
1.8.	Conclusion et position du problème.....	34

## 1.1. Préambule

Les matériaux composites sont aujourd'hui très souvent mentionnés comme des matériaux d'avenir. Leurs très bonnes propriétés spécifiques (rigidité et résistance rapportées à la masse) favorisent, en effet, l'allègement des structures. En même temps, de plus en plus certains matériaux composites sont fabriqués à partir des ressources naturelles et utilisés pour de multiples applications. La plupart des industriels du transport réfléchissent à l'utilisation de ce genre de matériaux pour réduire l'impact environnemental de leurs produits, offrant ainsi de nouvelles perspectives pour répondre aux exigences réglementaires sur le plan écologique. Dans ce cadre, progressivement, les composites renforcés de fibres naturelles apparaissent comme une alternative intéressante à certains types de composites courants. Dans ce contexte, l'objectif de ce chapitre est de faire une synthèse bibliographique permettant de présenter les matériaux composites, tout en visant à optimiser leurs performances, notamment, en termes d'amortissement des vibrations.

## 1.2. Définition et composition des matériaux composites

Les composites sont formés de deux matériaux distincts: la matrice, qui est un matériau continu, et le renfort, qui est un matériau discontinu (Figure 1-1). La matrice, peut être un polymère, une céramique ou un métal, assure la liaison de l'ensemble du matériau composite. Elle permet la répartition des forces mécaniques et protège le renfort des agressions extérieures. Le renfort consiste généralement en des fibres (longues ou courtes) ou des charges. Il apporte au composite sa rigidité et sa résistance mécanique [1,2]. Les fibres de verre, de carbone ou d'aramide sont parmi les renforts les plus couramment utilisés. En combinant ces deux éléments distincts, on peut exploiter les qualités spécifiques de chaque composant. Cela permet d'obtenir un matériau aux caractéristiques améliorées par rapport à celles des composants pris individuellement. Les matériaux composites se distinguent donc des alliages métalliques par le fait que leurs constituants peuvent être identifiés physiquement et sont combinés pour obtenir un ensemble de propriétés spécifiques supérieures à celles des matériaux métalliques.

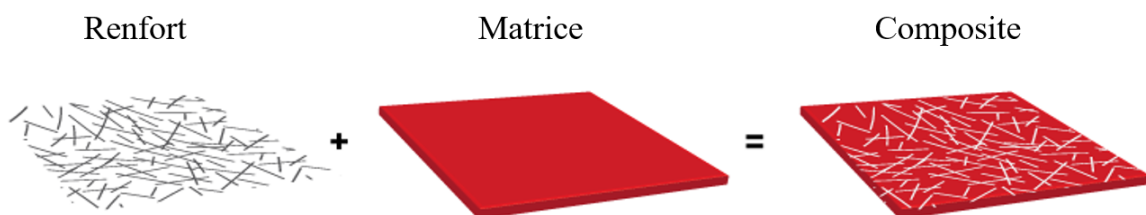


Figure 1-1: Composite et ses constituants.

### **1.2.1. La matrice**

La matrice joue un rôle primordial dans la constitution du matériau composite, elle représente de façon générale entre 30 et 60 % du volume total du composite. Elle joue un rôle de liant entre les renforts et influence le coefficient d'expansion thermique, la rétraction de prise, l'absorption d'eau et la solubilité des résines composites. La matrice permet aussi d'assurer la transmission des efforts mécaniques entre les renforts à travers l'interface. Cela permet de renforcer la cohésion globale du matériau en répartissant les contraintes exercées sur les renforts. Par ailleurs, elle protège les renforts de l'abrasion et des dégradations chimiques ou environnementales comme par exemple la présence d'humidité. Elle permet de préserver la durée de vie du matériau en le protégeant des dommages potentiels causés par l'utilisation ou l'environnement. Ensuite, la matrice joue un rôle capital en maintenant les renforts dans leur position et leur orientation, ce qui permet de conserver la forme souhaitée du composite [3]. Ceci est particulièrement important pour garantir les propriétés mécaniques souhaitées du matériau suivant différentes directions. Enfin, dans certains cas, la matrice peut également apporter des propriétés spécifiques au matériau composite, telles que la conductivité électrique [4], la résistance au feu [5] etc.

Les principales familles de matrices utilisées sont :

- les matrices organiques (polymères) [6], telles que les polyesters, les époxydes, les vinylesters et les polyamides...
- les matrices métalliques (alliages) [7], telles que l'aluminium, le titane et l'acier...
- les matrices céramiques [8], telles que le carbure de silicium, l'alumine et la zircone.

Chaque type de matrice présente des avantages et des inconvénients en termes de coût, de propriétés mécaniques et de traitement, qui influencent le choix de la matrice en fonction de l'application envisagée et des propriétés recherchées pour le matériau composite.

Les matrices peuvent être classées selon plusieurs critères, mais nous nous concentrerons principalement sur trois aspects fondamentaux :

- la nature du liant : synthétique ou biosourcé,
- le comportement thermique : thermoplastique ou thermodurcissable,
- les différentes familles : organique, métallique ou céramique.

#### **1.2.1.1. Nature du liant**

##### ***a) Matrices à base de liants synthétiques***

Les matrices à base de liants synthétiques sont largement utilisées dans l'industrie des composites en raison de leurs propriétés mécaniques élevées et de leur stabilité chimique. Ces

matrices sont généralement dérivées de ressources pétrolières et comprennent des polymères tels que : les résines époxy , les polyesters insaturés et les résines vinylesters [9].

#### ***b) Matrices à base de liants biosourcés***

Face aux préoccupations environnementales croissantes, les matrices à base de liants biosourcés gagnent en popularité. Ces matrices sont dérivées de ressources renouvelables telles que : Les huiles végétales (soja, lin), l'amidon et la cellulose. Les matrices biosourcées offrent l'avantage d'une empreinte carbone réduite et d'une meilleure biodégradabilité [10].

### **1.2.1.2. Comportement thermique**

#### ***a) Matrices thermoplastiques***

Les matrices thermoplastiques se caractérisent par leur capacité à être fondues et remises en forme de manière réversible. Cette propriété offre plusieurs avantages par exemple recyclabilité accrue et facilité de réparation.

Ces matrices sont particulièrement appréciées dans l'industrie automobile et dans la fabrication de produits de consommation en raison de leur facilité de mise en œuvre et de leur potentiel de recyclage [11].

#### ***b) Matrices thermodurcissables***

Les matrices thermodurcissables, contrairement aux thermoplastiques, subissent une réaction chimique irréversible lors de leur mise en forme. Cette réticulation confère aux composites des propriétés spécifiques tel qu'excellente stabilité thermique, résistance élevée aux solvants et aux produits chimiques et rigidité supérieure [12].

### **1.2.1.3. Les différentes familles**

#### ***a) Matrice organique***

Les composites à matrice organique (CMO) sont des matériaux composites constitués d'un polymère thermodurcissable ou thermoplastique comme matrice [13], associé à des renforts tels que des fibres de verre, de carbone, d'aramide, des renforts naturels comme le chanvre, le lin, le bois, ou encore des charges minérales. Parmi les matrices organiques les plus couramment utilisées, on retrouve les polyesters, les époxydes, les vinylesters et les polyamides.

Les CMO présentent divers avantages qui les rendent attrayants dans de nombreuses applications. Ils offrent une bonne résistance mécanique, sont légers, faciles à mettre en œuvre et sont économiques [14]. En outre, ces matrices ont des propriétés d'isolation électrique, ce qui les rend utiles dans des domaines électriques et électroniques.

#### ***b) Matrice métallique***



Les composites à matrice métallique (CMM) se caractérisent par l'utilisation d'un alliage d'aluminium, de titane ou de magnésium comme matrice. Cette matrice métallique confère au composite une excellente résistance mécanique. Les renforts les plus fréquemment utilisés dans les CMM sont des fibres longues de carbone. On rencontre aussi occasionnellement des renforts céramiques ou des polymères thermostables. Les CMM offrent plusieurs avantages qui les rendent adaptés à des applications exigeantes. Leur résistance mécanique à hautes températures est élevée, ce qui les rend adaptés à des environnements thermiquement exigeants. Ils possèdent également une bonne conductivité thermique et électrique. Les CMM présentent une tenue remarquable à la fatigue et au vieillissement, ce qui en fait des matériaux durables et fiables. De plus, ils démontrent une bonne résistance aux chocs. Comparativement aux composites à matrice organique, les CMM sont plus récents, et leur utilisation est souvent réservée à des applications très exigeantes nécessitant une excellente résistance thermique [15].

### *c) Matrice céramique*

Les composites à matrice céramique (CMC) sont constitués d'une matrice en céramique telle que le carbure de silicium, l'alumine, la zircone ou le nitrure de silicium. Cette matrice confère aux CMC une excellente tenue en température [8,16], les rendant particulièrement adaptés aux applications soumises à des conditions extrêmes de chaleur. Les renforts les plus couramment utilisés dans les CMC sont des fibres de carbone ou de céramique, comme le carbure de silicium (SiC) ou l'alumine. On trouve également des particules dans certains cas. Les CMC présentent de nombreux avantages qui en font des matériaux de choix pour des applications spécifiques. Ils conservent leurs propriétés mécaniques même à très haute température (supérieure à 1000°C) et possèdent une stabilité thermique exceptionnelle. De plus, ils offrent une résistance élevée à l'usure et à la corrosion, tout en étant légers et biocompatibles, ce qui les rend adaptés à des applications médicales. Cependant, les CMC présentent également certains inconvénients.

Si la matrice joue un rôle crucial dans la cohésion et la transmission des forces, le renfort, quant à lui, apporte au matériau composite sa résistance et sa rigidité.

#### **1.2.2. Le renfort**

Les fibres jouent un rôle déterminant en tant qu'élément discontinu dans la composition du matériau composite, puisqu'elles constituent généralement entre 30 et 70 % de son volume total. Leurs rôles principaux sont multiples et déterminants pour les propriétés du matériau composite. Premièrement, les renforts fournissent les principales caractéristiques mécaniques du matériau, telles que la rigidité, la résistance ainsi que la dureté, améliorant ainsi notablement

ses propriétés mécaniques. Deuxièmement, les fibres supportent la majorité des forces mécaniques et les transmettent à la matrice via l'interface, en contribuant ainsi à la cohésion en général du matériau et à sa résistance aux contraintes externes. Les renforts peuvent améliorer certaines propriétés précises du matériau, notamment en termes de conduction thermique ou électrique, ce qui élargit leurs champs d'applications. Il existe plusieurs types de renforts, chacun offrant des caractéristiques propres [17]. Les fibres longues et continues, telles que la fibre de carbone, les fibre verre, l'aramide et de kevlar, offrent une excellente résistance mécanique dans le sens des fibres. Les fibres courtes telles que les fibres de verre, de carbone ou naturelles, permettent un renforcement multidirectionnel du matériau. Les renforts particuliers, constitués de charges minérales ou végétales, contribuent à améliorer la dureté et la conductivité thermique du composite. Les tissus, formés de fibres tissées, assurent la résistance structurelle indispensable à certaines applications. La forme des renforts, qu'ils soient unidirectionnels, tissés ou aléatoires, influence également les propriétés mécaniques du matériau composite. Le choix des renforts est déterminé par les propriétés requises ( Tableau 1-1) pour une application spécifique.

Tableau 1-1: Propriétés physiques et mécaniques des fibres [18–21].

Catégorie de matériaux		Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement ultime (%)
<b>Métallique</b>	Acier	7.65–7.85	345–2850	200–210	0.5–3.5
<b>A base de carbone</b>	PAN	1.8–1.9	2500–7000	250–500	0.6–2.5
	Rayon	1.4–1.7	500–1500	35–60	2.5
	Pitch mésophase	1.6–2.2	1500–3500	200–900	0.3–0.9
	Graphène		130000	1000	
	Nanotube de carbone		11000–63000	1000–1800	
<b>Fibres synthétiques</b>	Alcool polyvinylique	1.2–1.3	800–2500	29–42	5.7–7
	Polypropylène	0.9–0.95	240–760	1.5–10	15–80
	Polyéthylène	0.92–0.97	80–3500	5–113	3–100
	Aramide	1.38–1.47	2300–3500	63–120	2–4.5
	Acrylique	1.16–1.18	270–1000	13.8–19.3	
	Polyéthylène téréphtalate	1.3–1.4	420–450	3.1–10	11.2
	Polyester	1.22–1.38	580–1100	15	35.0
	Nylon	1.13–1.41	440–1000	4.1–5.2	16–20
<b>Fibres naturelles</b>	Jute	1.3–1.5	250–350	26–32	1.5–1.9
	Sisal	1.34–1.45	280–750	13–26	3.0–5.0
	Noix de coco	0.87–1.4	120–200	19–26	10.0–25.0
	Bambou	0.6–1.1	140–800	11–32	2.5–3.7
	Coton	1.5–1.6	390–600	5.8–11	6.0–10.0
	Palmier	1.3–1.46	21–60	0.6	
	Laine	1.3	160	3.5	
	Chanvre	1.4–1.5	270–900	23.5–90	1–3.5
	Kenaf	1.4	223–930	14.5–53	1.5–2.7
	Coir	1.15–1.46	95–230	2.8–6	15–51.4
	Banane	1.4	500	12.0	1.5–9
	Tissu de lin	1.5	500–1500	50–70	
	Bagasse	1.3	222–290	17–27	1.1
	Abaca	1.5	400–980	6.2–20	1–10
	<b>Synthétiques</b>	Verre E	2.5–2.62	3100–3800	72.4
Verre S		2.46–2.49	4020–4650	86.9	5.4
Verre C		2.6	3310	69	4.8
Verre AR		2.7	3240	73	4.4
Basalte		2.65–2.80	3000–4840	89–110	3.00–3.15
Amiante		2.55	620	160	
Alumine		3.3–3.95	1700–2000	300–380	0.4
Alumine-silice		3.4	1590–2550	200–248	0.8–1
Nitrure de silicium			2500–4800	195–300	
Carbure de silicium		2.5–2.7	2200–3450	221–250	
Nitrure de bore	7.65–7.85	2100	345		

### **1.2.2.1. Les fibres de verre**

Les fibres de verre sont parmi les plus utilisées dans les composites et sont largement répandues dans nombreuses applications. Elles présentent l'avantage d'un faible coût et d'une bonne résistance mécanique [22]. Cependant, elles peuvent être fragiles. On distingue différents types de fibres de verre, notamment l'E-glass (usage général) et le S-glass (résistance accrue). Elles se présentent sous différentes formes telles que des filaments continus, des fibres coupées, des mats ou des tissus.

### **1.2.2.2. Les fibres de carbone**

Les fibres de carbone, quant à elles, possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, elles sont légères et offrent une bonne conductivité thermique et électrique [23,24]. Cependant, leur coût est élevé. Elles sont particulièrement adaptées aux applications exigeantes comme l'aéronautique, les équipements sportifs ou de loisirs, ainsi que pour le blindage. Les fibres de carbone se déclinent en plusieurs natures caractérisées par : la haute résistance, le haut module et la haute conductivité.

### **1.2.2.3. Les fibres aramides**

Les fibres aramides, telles que le Kevlar, le Twaron et le Technora, présentent une résistance mécanique (traction et choc) exceptionnelle, une légèreté remarquable et une stabilité thermique appréciable [25]. Cependant, leur résistance en compression est moins satisfaisante, et elles ont un coût élevé. Elles sont principalement utilisées dans l'aéronautique et les équipements de protection balistique.

### **1.2.2.4. Les fibres naturelles**

Une vaste gamme de fibre d'origine naturelle est destinée à la fabrication de matériaux composites. Ces renforts peuvent exister sous forme de fibres longues ou courtes et sont classés en deux catégories principales selon leur origine, végétale ou animale :

- les fibres végétales comprennent les fibres libériennes (comme le chanvre, le jute, le lin, le kenaf et la ramie) [26], les fibres de feuilles (sisal, ananas et abaca), les fibres de graines (kapok, coton et coco), les fibres d'herbes et de roseaux (riz, maïs et blé), ainsi que d'autres types de fibres comme celles issues des racines et du bois.
- les fibres animales, bien que moins courantes, incluent la laine et la soie.

La principale différence entre ces deux catégories réside dans leur composition chimique : les fibres végétales sont principalement composées de cellulose (généralement 40-80%) [27], tandis que les fibres animales sont essentiellement constituées de protéines. Cette diversité de renforts naturels offre une large palette de propriétés et d'applications dans divers secteurs

industriels, tout en répondant aux préoccupations environnementales croissantes grâce à leur caractère renouvelable et souvent biodégradable [17,28].

#### **1.2.2.5. Charges et particules**

Outre les fibres, les composites peuvent également être renforcés avec des charges Figure 1-2 et des particules minérales (comme le talc) ou végétales (comme le bois). Ces ajouts améliorent la dureté, la résistance à l'usure, l'isolation thermique et la résistance au feu des composites, en plus de contribuer à réduire leur prix.

Le choix des renforts et leur combinaison sont essentiels pour ajuster finement les propriétés des composites en fonction des applications visées. Chaque type de renfort apporte des caractéristiques spécifiques au matériau composite, permettant ainsi de concevoir des matériaux adaptés aux besoins particuliers de divers secteurs industriels et applications. La sélection judicieuse des fibres ou des charges permet de créer des composites sur mesure avec des propriétés mécaniques, thermiques et électriques spécifiques pour répondre aux exigences de chaque projet [29].

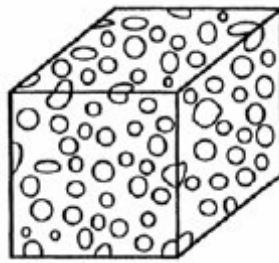


Figure 1-2 : Composite à renfort de particules [30].

#### **1.2.3. Propriétés et avantages des matériaux composites**

Les matériaux composites présentent une multitude de propriétés et d'avantages qui en font des matériaux très attrayants dans de nombreuses applications. Ils ont une densité nettement inférieure à celle des métaux, ce qui les rend beaucoup plus légers [31]. Cette caractéristique permet de réaliser des structures plus légères, conduisant à des économies de carburant dans les transports et à une meilleure efficacité énergétique. Le rapport résistance/poids (résistance spécifique) qui en fait des matériaux de choix pour des applications exigeant une grande rigidité. Les renforts fibreux confèrent aux composites une rigidité élevée, ce qui les rend adaptés à des applications nécessitant une grande rigidité en traction et en flexion, comme dans les structures aéronautiques et les composants structurels de haute performance. Certains composites à matrice céramique ou métallique peuvent en plus de cette résistance spécifique élevée résister à des températures extrêmes, dépassant 1000°C, tout en maintenant leurs

propriétés mécaniques. Cette capacité les rend adaptables à des environnements soumis à des conditions thermiques sévères [32]. Les matrices polymères ou céramiques utilisées dans ces composites confèrent des propriétés d'isolation thermique et électrique essentielles. Cette caractéristique rend ces matériaux particulièrement adaptés aux applications nécessitant une protection contre la chaleur ou les courants électriques. D'autre part, ces mêmes matrices, en particulier les matrices polymères, jouent un rôle crucial dans l'amortissement des vibrations. En effet, les propriétés viscoélastiques inhérentes aux polymères permettent aux composites d'absorber efficacement les vibrations. La grande diversité des matériaux composites permet d'intégrer plusieurs fonctions en un seul composant [33]. Cette flexibilité élargit les possibilités d'utilisation des composites dans divers domaines. En somme, les matériaux composites offrent une combinaison unique de propriétés mécaniques, thermiques et électriques, ainsi qu'une grande flexibilité de conception [34].

#### **1.2.4. Domaines d'application des composites**

Les matériaux composites jouent un rôle essentiel dans de nombreux domaines industriels grâce à leurs propriétés uniques et leur polyvalence. Dans l'aéronautique et l'espace, ils sont utilisés pour les structures d'avions, les carénages de moteurs, les satellites et les fusées, permettant d'alléger les pièces et les structures tout en offrant une bonne tenue thermique dans des environnements exigeants [35]. Dans l'industrie automobile et ferroviaire, les composites trouvent leur place dans les carrosseries, les tableaux de bord, les sièges et les réservoirs contribuant à réduire le poids des véhicules, à absorber les chocs et à améliorer l'isolation thermique [36]. Dans le nautisme et la marine, les composites sont utilisés pour les coques de bateaux et des éoliennes et pales d'éoliennes offshore, grâce à leur résistance à la corrosion et leur légèreté [37]. Dans le domaine du sport et des loisirs, les cadres de vélos, les raquettes, les clubs de golf et les skis en associent de la rigidité élevée et de l'absorption des chocs offertes par les composites [38]. Les équipements de protection, tels que les casques et les gilets pare-balles également de la résistance aux impacts et de la légèreté des composites. Dans le secteur de la construction et du génie civil, les composites sont utilisés pour le renforcement de structures en béton, les ponts et les réservoirs, améliorant ainsi leur résistance et leur durabilité. Dans les énergies renouvelables, les pales d'éoliennes et les cuves pour le stockage d'hydrogène sont fabriquées à partir de composites pour garantir leur tenue structurale et leur isolation thermique. Enfin, dans le domaine médical et dentaire, les prothèses orthopédiques et les facettes dentaires sont réalisées en composites pour leur biocompatibilité et leur résistance [39]. En somme, les matériaux composites offrent une vaste gamme d'applications, répondant aux

besoins spécifiques de chaque secteur industriel grâce à leur propriété spécifique et leur combinaison propriétés mécaniques, thermiques et électriques.

Alors que les composites occupent déjà une place prépondérante dans divers secteurs industriels, leur développement est toujours promoteur avec des défis technologiques et environnementaux à venir. Nous proposons d'examiner les enjeux actuels et les perspectives d'évolution pour les matériaux composites dans les années à venir.

### **1.2.5. Enjeux et perspectives**

Le domaine des matériaux composites est en constante évolution, avec de nombreuses pistes de recherche et de développement pour améliorer encore leurs performances et leur adaptabilité aux besoins industriels. Parmi les principales directions de recherche, on trouve le développement de nouveaux composites à matrices biosourcées ou nanostructures, ainsi que l'utilisation de renforts innovants tels que les nanotubes ou les fibres de carbone. Un autre enjeu important est le recyclage des composites en fin de vie, pour limiter et réduire leur impact environnemental et favoriser une économie circulaire. L'allègement des structures est également un axe majeur de développement, notamment dans l'aéronautique, l'automobile et le ferroviaire, afin de réduire la consommation énergétique et les émissions de CO<sub>2</sub>. Les avancées dans la modélisation et la simulation numérique permettent d'optimiser la formulation et les procédés de fabrication des composites, offrant ainsi des possibilités d'amélioration des performances tout en réduisant les coûts de production. Par ailleurs, la polyvalence des composites est un enjeu clé, en intégrant plusieurs fonctions (mécanique, thermique, électrique, optique, etc.) dans un seul matériau composite, ce qui ouvre de nouvelles perspectives dans divers domaines d'application. En résumé, les composites restent un domaine de recherche innovant très actif, avec de nombreux défis technologiques à relever pour répondre aux exigences industrielles futures. Ces avancées permettront d'étendre encore davantage le champ d'application des matériaux composites et de les rendre encore plus compétitifs dans divers secteurs industriels, contribuant ainsi à façonner l'avenir des matériaux de pointe.

### **1.3. Matériaux viscoélastiques**

Les matériaux viscoélastiques présentent un comportement complexe qui varie en fonction de plusieurs paramètres. Parmi eux, la dépendance en fréquence et en température est particulièrement importante pour comprendre leurs performances dans des conditions spécifiques.

### **1.3.1. Les matériaux viscoélastiques et notion d'amortissement.**

Les matériaux viscoélastiques ont des propriétés mécaniques qui rassemblent à la fois un comportement élastique, c'est-à-dire réversible, et un comportement visqueux, c'est-à-dire dissipatif. Une caractéristique intéressante de ces matériaux est que leurs propriétés mécaniques, tels que les modules d'élasticité, évoluent en fonction du temps. On les trouve principalement dans les polymères et les élastomères. Pour bien comprendre l'effet de la viscoélasticité, il est utile de considérer des cas extrêmes. D'une part, un matériau purement élastique respectant la loi de Hooke qui aura une contrainte proportionnelle à la déformation et d'autre part, un matériau entièrement visqueux, tel qu'un fluide newtonien qui suivra la loi de Newton, selon laquelle la contrainte est proportionnel au gradient de vitesse. Un matériau viscoélastique présente un comportement mécanique entre ces deux cas limites. Lorsqu'il est sollicité, sa déformation comprend une partie élastique instantanée, qui revient à sa position initiale une fois la contrainte relâchée, et une partie visqueuse différée. Cette deuxième composante visqueuse implique que, même après l'arrêt de la contrainte, le matériau se déforme progressivement dans le temps, pour reprendre finalement sa position d'origine. La viscoélasticité est une caractéristique essentielle des matériaux élastomériques et polymères et joue un rôle crucial dans de nombreuses applications, notamment dans les secteurs des matériaux de bâtiment, de l'automobile, de l'aérospatiale et de la biomédecine. Il est essentiel de comprendre ce comportement complexe pour concevoir et utiliser efficacement ces matériaux dans différentes situations.

### **1.3.2. Principes fondamentaux en viscoélasticité**

La formulation fonctionnelle définit la loi mathématique qui lie la réponse du matériau à une certaine contrainte. Dans un matériau viscoélastique, une force appliquée entraîne une déformation qui évolue dans le temps. Et inversement, la contrainte pourra dépendre de l'historique des déformations effectuées.

À chaque instant  $t_s$ , la déformation dépend donc de tout l'historique des contraintes appliquées au matériau depuis  $t_0$  jusqu'à cet instant  $t_s$ . Et vice versa, la contrainte à un instant donné dérive de toutes les déformations passées.

La loi de comportement d'un matériau viscoélastique est décrite par des fonctions  $\mathcal{F}$  et  $\mathcal{G}$  qui associent les contraintes aux déformations et traduisent cette dépendance à l'égard de l'historique des contraintes :

- $\mathcal{F}$  relie la déformation à l'instant  $t_s$  aux contraintes entre  $-\infty$  et  $t_s$
- $\mathcal{G}$  relie la contrainte à l'instant  $t_s$  à la déformation entre  $-\infty$  et  $t_s$



Cette formulation fonctionnelle permet donc de représenter mathématiquement le comportement viscoélastique par des équations reliant les contraintes et les déformations en tenant compte de leur évolution temporelle (eq (1.1)) [40].

$$\begin{aligned}\sigma_{ij}(t) &= \mathcal{F}[\varepsilon_{KL}(T_{-\infty}^{ts})] \\ \varepsilon_{ij}(t) &= \mathcal{G}[\sigma_{KL}(T_{-\infty}^{ts})]\end{aligned}\quad (1.1)$$

### 1.3.3. Dépendance en fréquence et en température des matériaux viscoélastiques

Pour une sollicitation harmonique uniaxial appliquée à des matériaux viscoélastiques linéaires, homogènes, isotropes et non vieillissants, le module opérationnel  $R^*(s)$  (eq(1.2)) dans le domaine fréquentiel correspond au module de Young complexe  $E^*$  en traction (ou compression) ou au module de cisaillement complexe  $G^*$  en cisaillement pur [41], tel que :

$$\mathfrak{R}^*(s) = \mathfrak{R}^*(i\omega) = \begin{cases} E^*(i\omega) = E'(\omega) + E''(\omega) \\ G^*(i\omega) = G'(\omega) + G''(\omega) \end{cases} \quad (1.2)$$

Il est généralement admis que le facteur de perte  $\eta(\omega)$ , défini comme le rapport entre la partie imaginaire et la partie réelle du module, demeure constant en traction-compression et en cisaillement. Le coefficient de Poisson complexe  $\nu^*$ , reliant déformation latérale et axiale, dépend lui aussi de la fréquence [42]. Cependant, sa mesure expérimentale est délicate. En pratique, on se contente souvent de mesurer le module de Young ou de cisaillement, en supposant  $\nu$  constant [43]. De nombreux travaux expérimentaux ont montré que la température était le facteur environnemental ayant la plus grande influence sur le comportement viscoélastique, parmi d'autres comme l'humidité ou la pré-déformation statique [44]. Le développement de modèles rhéologiques tenant compte de ces dépendances permet une meilleure prédiction du comportement viscoélastique sur une large plage de fréquences et de températures.

Le module et le facteur de perte des matériaux viscoélastiques, en fonction de la température à fréquence fixée (Figure 1-3), présentent quatre domaines distincts :

- Le domaine vitreux (a) aux basses températures, où le module de stockage atteint sa valeur maximale et le facteur de perte son minimum. Dans cette zone, le facteur de perte varie rapidement alors que le module reste relativement constant.
- Le domaine de transition (b), caractérisé par une chute importante du module de stockage quand la température augmente, atteignant un minimum au centre de cette zone, correspondant à la température de transition vitreuse. C'est là que le facteur de perte est maximum, ce qui peut être exploité pour optimiser l'amortissement.
- Le domaine caoutchoutique (c), avec des valeurs faibles et peu variables du module et du facteur de perte.

- Le domaine d'écoulement (d), état fluide où le comportement devient instable.

Ces différents états dépendent de la température et influent grandement sur les propriétés mécaniques des matériaux viscoélastiques. Leur identification permet de mieux comprendre et modéliser le comportement thermo-viscoélastique.

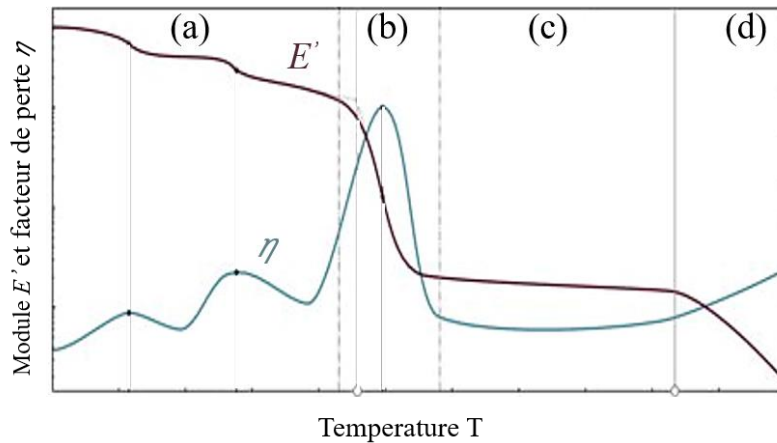


Figure 1-3. Module et facteur de perte en fonction de la température.

Des essais réalisés à différentes fréquences à une température donnée montrent que les profils de variation du module et du facteur de perte en fonction de la fréquence sont similaires à ceux obtenus lors d'expériences menées à fréquence fixe en faisant varier la température (Figure 1-4 (a) et (b)). Cette similitude de comportement a conduit à l'hypothèse qu'il existe une équivalence entre fréquence et température [45].

Cette équivalence permet de superposer les courbes obtenues à différentes températures sur une seule courbe, appelée courbe maîtresse ou nomogramme (Figure 1-4-c). La superposition des courbes s'effectue par un déplacement horizontal selon un facteur de décalage, appelé facteur  $\alpha_T$ . Ce facteur correspond à une mise à l'échelle de la fréquence, appelée fréquence réduite  $\alpha_T \omega$ .

Pour utiliser la courbe maîtresse, il faut :

- choisir sur l'échelle verticale à droite la fréquence réelle à laquelle on souhaite connaître les valeurs de  $E'$  ou  $\eta$ ,
- suivre la ligne horizontale correspondante jusqu'à croiser la ligne oblique correspondant à la température choisie,
- à partir de ce point, suivre une verticale jusqu'à rencontrer la courbe expérimentale de  $E'(\omega)$  ou  $\eta(\omega)$ ,
- la valeur correspondant à ce point, lue sur l'échelle de gauche, représente le paramètre recherché, c'est-à-dire  $E'$  ou  $\eta$ .

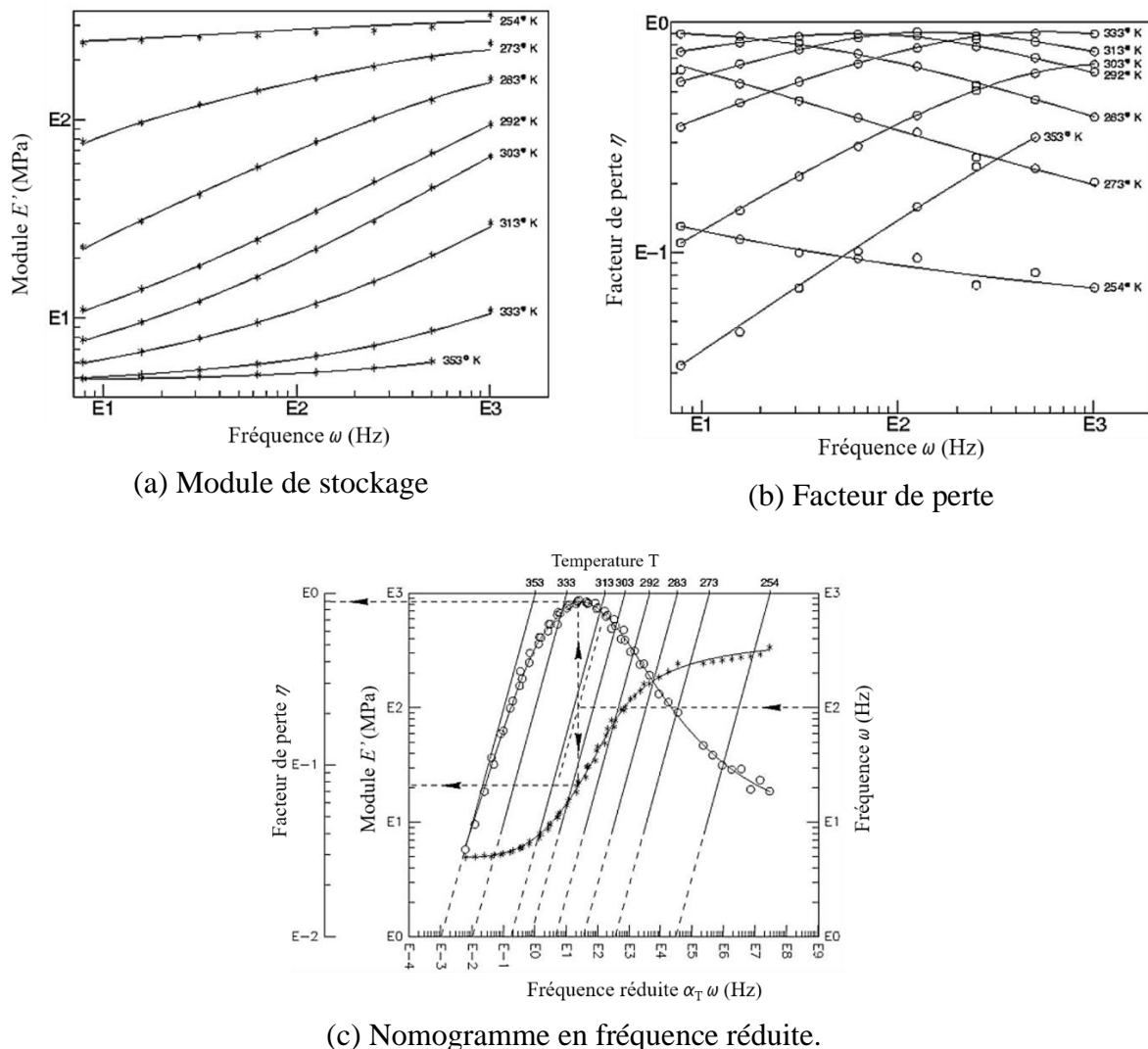


Figure 1-4. Evolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la fréquence et de la température [40].

L'équivalence entre fréquence et température signifie que l'augmentation de la fréquence a un effet similaire à l'augmentation de la température. Par exemple, une augmentation de la fréquence entraîne une diminution du module et une augmentation du facteur de perte. Le facteur  $\alpha_T$  est un coefficient qui permet de prendre en compte cette équivalence. Il est déterminé expérimentalement. La courbe maîtresse est un outil précieux pour l'étude des propriétés dynamiques des matériaux. Elle permet de visualiser la variation du module et du facteur de perte en fonction de la température et de la fréquence.

Pour des besoins de calcul, il est possible de modéliser l'évolution du module et du facteur de perte en fonction de la fréquence et de la température sous forme de fonctions analytiques. Ces fonctions sont obtenues par interpolation des courbes maîtresses.

L'interpolation consiste à relier les points des courbes maîtresses à l'aide d'une fonction mathématique. La fonction d'interpolation est généralement de la forme d'équation (1.3) [46].

$$E^*(\omega, T) = E'(\omega, T)[1 + i\eta(\omega, T)] = E'(\alpha_T \omega)[1 + i\eta(\omega, T)] \quad (1.3)$$

où  $\alpha_T$  est une fonction de la température qui permet de passer de la fréquence réelle à la fréquence réduite. Il existe plusieurs formules empiriques pour déterminer la fonction  $\alpha_T$

Pour transformer un point d'une courbe de module ( $E'(\omega_k, T_k)$ ) ou de facteur de perte ( $\eta(\omega_k, T_k)$ ) en fonction de la fréquence  $\omega_k$  et de la température  $T_k$ , il existe plusieurs formules empiriques. Ces formules sont généralement basées sur l'échelle logarithmique de la fréquence. Elles permettent de déterminer le facteur de décalage  $\alpha_T$ , qui est une fonction de la température. Les formules empiriques de transformation des points des courbes de module et de facteur de perte sont importantes pour la modélisation des propriétés dynamiques des matériaux. Elles permettent de simplifier les calculs et d'améliorer la précision des résultats.

Parmi les formules empiriques les plus courantes, on peut citer :

-La formule de Williams-Landel-Ferry (WLF) [47] :

$$\text{Log}(\alpha_t) = \frac{C_1^0(T - T_0)}{C_2^0(T - T_0)} \quad (1.4)$$

Les deux caractéristiques  $C_1^0$  et  $C_2^0$  sont des constantes qui dépendent du matériau et de la température de référence  $T_0$ .

-La loi d'Arrhenius est une loi empirique qui relie la constante d'activation d'une réaction chimique à sa température. Elle est basée sur la théorie de la thermodynamique et prend la forme suivante :

$$\text{Log}(\alpha_t) = \frac{E_\alpha}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \quad (1.5)$$

$R$  est une constante physique qui caractérise les gaz parfaits, tandis que l'énergie d'activation  $E_\alpha$  est l'énergie nécessaire pour que les atomes ou les molécules d'un matériau puissent passer d'un état à un autre.

## 1.4. Mise en œuvre des composites

### 1.4.1. Procédés de mise en œuvre

Les méthodes de fabrication des matériaux composites mettant l'accent sur l'assemblage de couches de matériaux distincts incluent plusieurs approches clés. Parmi celles-ci, l'assemblage par collage qui consiste à superposer et lier les différentes couches à l'aide d'adhésifs spécialisés, garantissant ainsi une bonne cohésion tout en conservant la légèreté du composite [48,49]. Les procédés dits « one-shot » permettent, quant à eux, d'assembler les couches en une seule étape, en intégrant directement les différentes phases de fabrication pour une efficacité

accrue. Enfin, l'utilisation de la fabrication additive qui permet d'imprimer directement des structures composites couche par couche, ouvrant la voie à des géométries complexes tout en réduisant les étapes d'assemblage traditionnelles. Ces méthodes innovantes permettent d'optimiser les performances des composites tout en répondant aux exigences de précision et de fiabilité. Elle permet également de fabriquer des composites à base de polymères renforcés par des fibres naturelles ou synthétiques, courtes [50] ou longues [51]. La fabrication additive est particulièrement adaptée à la fabrication des composites à différents constituants. Ces composites offrent des propriétés mécaniques et thermiques améliorées.

#### **1.4.2. La fabrication additive**

Le procédé consiste à superposer couche après couche un matériau pour fabriquer la pièce souhaitée (Figure 1-5). Les matériaux utilisés sont variés : plastiques, métaux, céramiques, etc. Depuis son apparition dans les années 1980, ses applications n'ont cessé de se développer grâce aux récents progrès technologiques, notamment dans des secteurs comme l'aéronautique, l'automobile, la santé ou encore la joaillerie. Cette technologie flexible et rapide, permettant la production directe de pièces fonctionnelles à partir d'un modèle CAO, est appelée à se généraliser à l'avenir.

Dans ce cas, le matériau est déposé sur une plateforme chauffée, tandis que les fibres sont placées sur la plateforme. La température et la pression sont des paramètres cruciaux du procédé, qui déterminent les performances mécaniques des composites. Des études ont montré que l'imprégnation des plastiques dans le faisceau de fibres est obtenue pour une température de fusion entre 200 et 230°C pour le PLA (Acide polylactique) [52]. La fabrication additive par impression 3D est de plus en plus utilisée dans divers domaines. Dans le domaine médical, elle permet la production de dispositifs complexes et stérilisés [54]. Elle a montré un fort potentiel pendant la pandémie de Covid-19 pour répondre rapidement aux besoins en équipements de protection individuelle et dispositifs médicaux. L'impression 3D est également très prometteuse en médecine régénérative pour la fabrication de tissus et d'organes qui font défaut [55,56]. Cette technologie est largement employée pour régénérer des tissus biomédicaux ayant une architecture 3D complexe tels que l'os, le cartilage, les nerfs ou des organes comme le foie et les tissus lymphoïdes [57]. Grâce à sa capacité à produire rapidement des structures tridimensionnelles complexes, la fabrication additive par impression 3D ouvrira certainement de nouvelles perspectives dans le domaine médical.

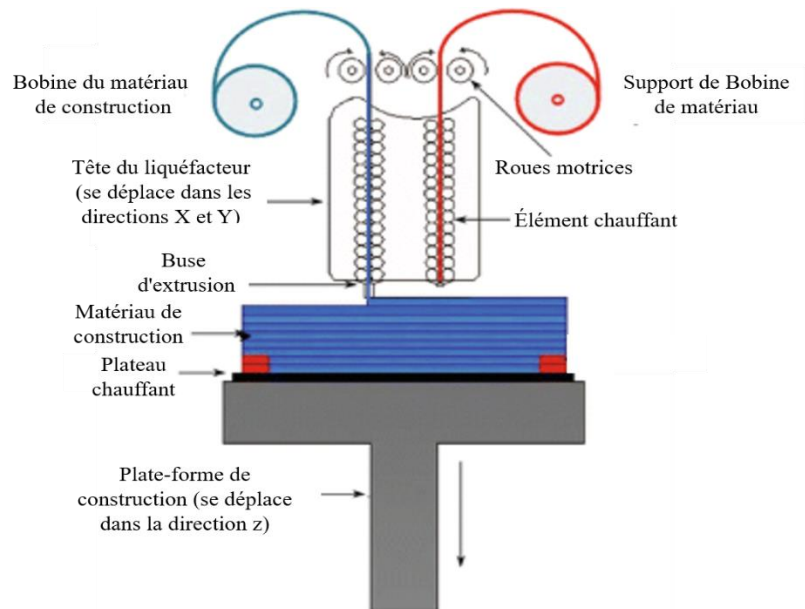


Figure 1-5. Processus d'impression 3D [53].

Hiller et al [58] ont démontré la conception de matériaux numériques grâce à l'impression 3D, offrant ainsi la possibilité de créer des objets composés de multiples matériaux avec une précision microscopique, en utilisant des voxels sphériques (des formes arrondies ou des objets organiques) assemblés en juxtaposition. De plus, l'impression 3D permet la fabrication de matériaux intelligents capables de changer de forme en réponse à des stimuli externes. Raviv et al. [59] ont décrit une structure auto-évolutive innovante capable de se métamorphoser en une forme prédéterminée. La capacité de la fabrication additive des structures en trois dimensions ouvre de nouvelles perspectives pour la conception de matériaux intelligents et de dispositifs complexes, qui sont particulièrement pertinents dans des domaines, telles que la biologie et la santé.

Les céramiques trouvent également leur application dans le domaine de la fabrication additive (FA). Les progrès actuels de la FA permettent la création de pièces céramiques denses, dépourvues de défauts, grâce à l'optimisation des paramètres du processus et à l'intégration de techniques de traitement colloïdal [60]. Les pièces en céramique imprimées en 3D se distinguent par leur stabilité thermique exceptionnelle [61], ce qui les rend particulièrement attrayantes pour des applications, tels que les systèmes de protection thermique, les brûleurs poreux, les composants de propulsion ou encore les boîtiers électroniques. Parallèlement, d'importantes avancées ont été accomplies dans le domaine de l'électronique imprimée [62,63]. Les techniques d'impression 3D permettent la fabrication en une seule étape de composants électroniques fonctionnels, tels que des antennes, des résistances, des inductances, et des

condensateurs, sans nécessiter de post-traitement. La fabrication additive, qu'elle concerne les céramiques ou l'électronique, ouvre ainsi de nouvelles perspectives, grâce à sa capacité à produire rapidement et avec une grande précision des pièces de formes complexes, dotées de nouvelles fonctionnalités.

Leigh et al. [64] ont proposé une formulation pour imprimer des capteurs électroniques à partir d'un composite thermoplastique chargé en fibres de carbone conductrices. Ce nouveau matériau composite a permis la fabrication par impression 3D d'une gamme de capteurs électroniques fonctionnels, tels que des capteurs piézorésistifs et capacitifs. Les développements futurs pourraient porter sur des composites à matrices mixtes [65,66] ou poreuses [67,68], pour diverses applications telles que le traitement de l'eau. La fabrication additive ouvre de nouvelles opportunités pour la mise en forme de composites intelligents dotés de fonctionnalités accrues. Cette technologie prometteuse devrait permettre l'émergence de composites architecturés sur-mesure aux propriétés optimisées.

## **1.5. Contrôles des vibrations**

Les performances vibratoires des matériaux composites sont caractérisées par leurs fréquences propres et leurs facteurs d'amortissement [69,70]. La connaissance des fréquences propres permet de choisir les caractéristiques du composite pour éviter les fréquences naturelles de service de la structure. Les facteurs d'amortissement déterminent le taux d'amortissement du matériau, ce qui permet de réduire les amplitudes vibratoires. L'ajout d'une couche d'un matériau amortissant contraint par une seconde couche de support permet d'atténuer les vibrations en flexion dans les composites. Ce type de matériau composite amorti réduit l'amortissement intrinsèque des structures. Bien que légers et rigides, les composites transmettent les vibrations avec un facteur d'amplification élevé. Pour améliorer l'amortissement des structures composites, de nombreux travaux visent à développer des méthodes actives ou passives [71,72].

### **1.5.1. Méthodes actives**

Les méthodes actives représentent une alternative prometteuse pour améliorer l'amortissement des structures composites. L'amortissement actif est créé de façon externe par le concepteur, notamment en utilisant des matériaux piézoélectriques jouant le rôle de capteurs pour le contrôle vibratoire. Une solution consiste à coller une couche de matériau piézoélectrique sur la structure [73]. Lorsque celle-ci est soumise à une contrainte, la déformation de la couche piézoélectrique génère un signal électrique. Ce signal peut être réinjecté dans la couche piézoélectrique pour produire une force ou un moment permettant de contrôler les vibrations.

Le contrôle actif permet ainsi d'ajuster en continu l'amortissement en fonction des conditions vibratoires. Cependant, cette méthode nécessite un apport extérieur d'énergie et présente une certaine complexité et un coût encore élevé. Des efforts de recherche sont entrepris pour développer des systèmes de contrôle actif plus robustes, efficaces et économiques pour l'amortissement optimal des structures composites [74].

Si les méthodes actives d'amortissement apportent une solution innovante et adaptable, les méthodes passives, quant à elles, offrent une approche plus simple et autonome pour améliorer la performance des structures composites.

### **1.5.2. Méthodes passives**

Contrairement aux méthodes actives qui nécessitent un apport d'énergie extérieur, les techniques passives d'amortissement consistent à intégrer directement l'amortissement dans la conception de la structure. Par exemple, l'ajout d'un matériau viscoélastique permet de dissiper l'énergie vibratoire sous forme de chaleur grâce à ses propriétés à la fois visqueuses et élastiques. Lorsque ce matériau est soumis à une contrainte, il conserve une partie de l'énergie reçue et en dissipe une autre partie par frottement interne. Puis, lorsque la contrainte s'annule, une partie de l'énergie de déformation est restituée. Ainsi, en collant un patch viscoélastique sur une structure composites, il permet de dissiper de l'énergie vibratoire par des cycles de traction-compression [75,76]. Simples et robustes, les techniques d'amortissement passif représentent une solution prometteuse pour améliorer l'amortissement des structures composites sans nécessiter d'énergie extérieure. Leur développement constitue un enjeu important pour réduire les vibrations de structures soumises à des environnements sévères. Cette solution ingénieuse offre un excellent rapport rigidité/masse, permettant d'obtenir des structures à la fois légères et résistantes. De plus, la présence de matériau intégré, souvent fabriquée à partir de matériaux viscoélastiques ou cellulaires, contribue à améliorer l'amortissement vibratoire de l'ensemble. Dans ce cas, le matériau est constitué d'un matériau viscoélastique, qui apporte un amortissement passif grâce à sa déformation en cisaillement. L'amortissement passif induit par l'intégration d'une couche viscoélastique entre deux couches rigide a été étudié par Kerwin [77]. Cette méthode a ensuite été développée par Nashif et al.[76] qui ont utilisé une couche viscoélastique contrainte par une autre couche rigide (Figure 1-6). Ils ont montré que l'ajout d'une couche de confinement permet d'augmenter la capacité de dissipation d'énergie de la couche viscoélastique. En effet, une plaque collée sur la couche viscoélastique force sa déformation en cisaillement et amène tous ses points à se déformer (Figure 1-6-a), et non uniquement les zones proches des faces extérieures (Figure 1-6-b).



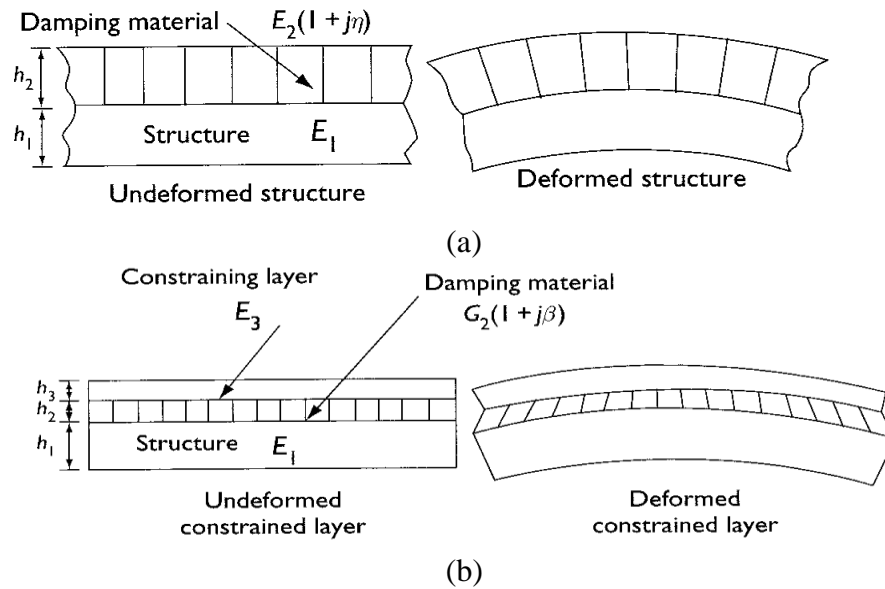


Figure 1-6: Déformation de la couche viscoélastique : a) cas de couche non contrainte, b) cas de couche contrainte [78].

Cai et al.[69] ainsi que Granger et Ross [79] ont amélioré la méthode de la couche contrainte en utilisant des couches viscoélastiques positionnées sur une partie de la structure pour amortir les vibrations, tout en étant confinées par une couche élastique. Cette approche a été récemment mise en œuvre par Fotsing et al. [80], Horel [81] et Piollet et al. [82] pour amortir les structures sandwich. Plus précisément, ils ont inséré une couche viscoélastique au niveau des composites. Les résultats de leurs études ont démontré que, lors des vibrations des poutres, la couche viscoélastique subit des contraintes de cisaillement, ce qui entraîne la dissipation de l'énergie vibratoire. L'avantage principal de cette méthode est qu'elle améliore l'amortissement de la structure tout en ajoutant une masse négligeable. Cette approche constitue ainsi une solution efficace pour optimiser les performances d'amortissement des structures [69,83].

Khalfi [84] a employé cette approche en positionnant des patches viscoélastiques sur une plaque sandwich, mettant en évidence l'importance de leur disposition stratégique dans les zones sujettes au cisaillement maximal afin d'optimiser l'amortissement. Yang et al.[85] ont également enquêté sur l'amortissement au sein d'une structure sandwich, en variant les épaisseurs de la couche viscoélastique. D'autres recherches, menées par Huang et al [86] ainsi que Lam [87], ont adopté une approche combinée pour améliorer les propriétés modales des structures, en intégrant à la fois un amortissement actif et passif. Cette combinaison a été réalisée en utilisant une couche viscoélastique contrainte par une couche piézoélectrique. Il est donc clair que l'enrichissement de l'amortissement au sein des structures composites est un champ de recherche en plein essor. Dans le cadre de nos travaux de cette thèse, l'intégration

d'une couche viscoélastique naturelle entre deux couches de biocomposites constituera l'un des axes d'étude privilégiés.

## 1.6. Caractéristiques thermiques

### 1.6.1. Acide Poly Lactique (PLA)

La température de transition vitreuse  $T_g$  du PLA est la température à laquelle le matériau passe de l'état rigide à l'état visqueux. Elle est généralement située à 60°C [88], mais elle peut être modifiée par certains paramètres, tels que la masse molaire ou la pureté optique. Dans le cas présent, les variations de la transition vitreuse peuvent être exprimées par l'équation de Flory-Fox (eq.(1.6) [89]):

$$T_g = T_g^\infty - \frac{K_e}{M_n} \quad (1.6)$$

$K_e$  est un paramètre empirique et la masse molaire  $M_n$  est un paramètre important qui influence la transition vitreuse du PLA. En effet, une augmentation de la masse molaire entraîne une augmentation de la température de transition vitreuse [90]. La température de transition vitreuse intrinsèque,  $T_g^\infty$ , est une valeur théorique qui correspond à la température de transition vitreuse d'un polymère de masse molaire infinie (eq (1.7)). Elle est liée à la fraction d'énantiomère  $D$  ( $X_D$ ) du PLA.

$$T_g^\infty = \frac{13,66 + 1371,68 X_D}{0,22 + 24,3X_D + X_D^2} \quad (1.7)$$

Avec  $X_D$  est le degré de cristallinité.

Le paramètre  $K$  est exprimé par la formule  $K_e = 52,23 + 791 X_D$ . Il est à noter que la pureté optique assume la fonction d'un plastifiant : à mesure que  $X_D$  augmente,  $T_g$  diminue.

En fonction de la masse molaire et du taux d'énantiomère  $D$ , la température de fusion connaît une variation significative, se situant entre 120 et 180°C [91]. Ce phénomène est également observé pour la cristallinité, pouvant entraîner une variation d'une vingtaine de degrés dans la température de fusion. Dans l'étude de Baratian et al. [92]. Ils ont noté que la température de fusion diminue proportionnellement au pourcentage de  $D$ . En effet, la diminution de la tacticité entraîne une réduction du point de fusion et de la cristallinité.

### 1.6.2. Lin / PLA

La Figure 1-7, extraite des travaux de Aliotta et al. [93], montre les thermogrammes DSC (Differential Scanning Calorimetry) de chauffage du PLA pur et des biocomposites avec différents pourcentages de fibres de lin PF10, PF20 et PF40 correspond respectivement à 10,

20 et 40%. On observe deux pics de fusion, le premier correspondant à la fusion de l'eau résiduelle et le deuxième correspondant à la fusion du PLA. Le

Tableau 1-2 résume les propriétés thermiques du PLA et de ses biocomposites, obtenues à partir du cycle de chauffage. Le pourcentage de cristallinité ( $X_{cc}$ ) du PLA de ses composites est également indiqué. On observe que la cristallinité du PLA augmente avec la teneur en fibres naturelles.

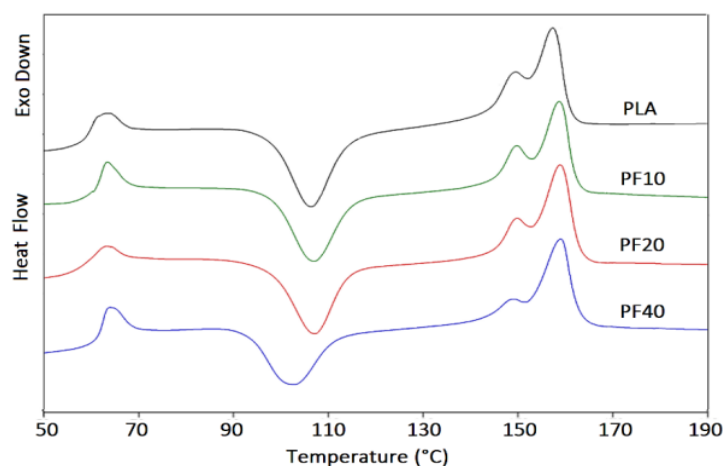


Figure 1-7 : DSC du PLA pur et ses composites avec des fibres de lin [93]

À température de cristallisation à froid ( $T_{CC}$ ) et la température de fusion ( $T_m$ ) ont été mesurées à l'aide d'une analyse calorimétrique différentielle (DSC). Le pic minimal de cristallisation à froid a été utilisé pour déterminer la  $T_{cc}$ . Le pic maximal de fusion a été utilisé pour déterminer la  $T_m$ . L'enthalpie de cristallisation à froid ( $\Delta H_{CC}$ ) et l'enthalpie de fusion ( $\Delta H_m$ ) ont été calculées à partir de la surface des pics correspondants. La surface des pics a été mesurée à l'aide d'un logiciel de traitement de données DSC. Lors du chauffage, la transition vitreuse du PLA amorphe se superpose à un pic de récupération d'enthalpie. Cette superposition est due à la présence de l'eau résiduelle dans l'échantillon. En effet, l'eau présente dans l'échantillon se vaporise lors du chauffage, ce qui entraîne une libération d'enthalpie.

Tableau 1-2: Propriétés thermiques et fraction de cristallinité ( $X_{cc}$ ) du PLA et de ses composites [93].

Lin / PLA (%)	$T_g$ (°C)	$T_{CC}$ (°C)	$T_m$ (°C)	$\Delta H_m$ (J/g)	$\Delta H_{CC}$ (J/g)	$X_{cc}$ (%)
<b>100 / 0</b>	60	106	156	33	26	5,4
<b>90 / 10</b>	61	106	158	31	23	6,9
<b>80 / 20</b>	61	106	158	32	23	8,3
<b>60 / 40</b>	61	102	158	29	21	10

La Figure 1 8 montre les résultats de la DMTA (Dynamic Mechanical Thermal Analysis) pour le PLA pur et les composites Lin / PLA. Ces résultats confirment l'effet nucléant des fibres de lin pour la cristallisation du PLA. Que ce soit pour le PLA pur ou pour les composites, le ramollissement commence à se produire au-delà de 60 °C. Cependant, la diminution du module d'élasticité est moins marquée pour le composite contenant 40 % en poids de fibres de lin. Ce résultat est en accord avec les résultats DSC, dans lesquels la teneur en cristallinité majeure est enregistrée pour ce composite. Plus le polymère est cristallin, moins la décroissance du module élastique est marquée à proximité de la transition vitreuse. En effet, la cristallinité contribue à la rigidité du matériau. Les fibres de lin, en tant que nucléon favorisent la cristallisation du PLA, ce qui se traduit par une augmentation de la rigidité du composite.

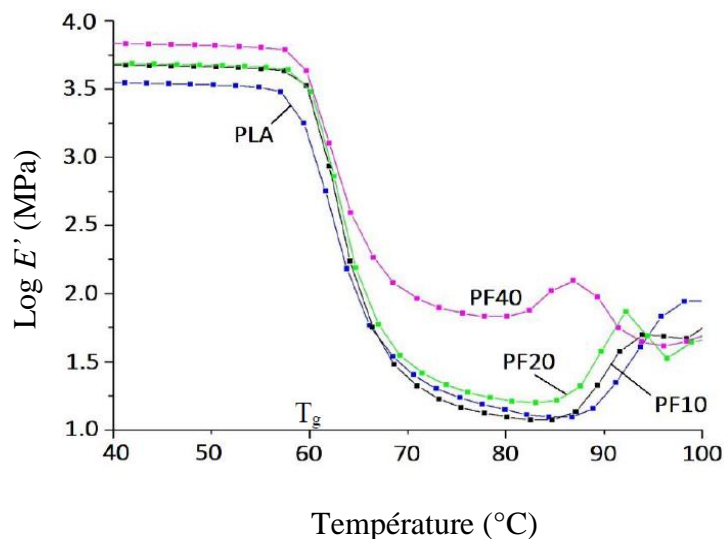


Figure 1-8: Module dynamique du PLA et composites Lin / PLA [93].

### 1.6.3. Couche viscoélastique en Polyuréthane Thermoplastique (TPU)

Le polyuréthane thermoplastique doit être inséré entre deux couches de composite Lin / PLA et fera l'objet d'un matériau fonctionnel. La Figure 1-9 montre les thermogrammes DSC des filaments de TPU fabriqués à partir de granulés de TPU commerciaux. Ces thermogrammes montrent deux pics endothermiques, le premier correspondant à la fusion des segments souples (SS) et le deuxième correspondant à la fusion des segments durs (HS). Le Tableau 1-3 résume les propriétés thermiques des filaments de TPU, notamment les  $T_g$  et de  $T_m$  des segments souples et des segments durs. On observe que les températures de transition vitreuse et de fusion des segments souples sont plus faibles que celles des segments durs. Les résultats de l'analyse thermique montrent que les filaments de TPU présentent une structure segmentée souple/dure. Les segments souples contribuent à la flexibilité du matériau, tandis que les segments durs contribuent à la rigidité.

Dans les TPU, les SS et les HS sont incompatibles thermodynamiquement cela conduit à une séparation des phases, qui se traduit par des pics séparés dans les  $T_g$  et de  $T_m$ . Dans un TPU à séparation de phases parfaite, les SS forment une phase continue tandis que les HS sont dispersés dans cette phase continue sous forme de lamelles, de sphérulites, etc. La transition vitreuse du TPU dépend fortement du type de macro-diol utilisé dans la synthèse. Selon le degré de séparation des phases, la température de transition peut apparaître clairement ou non. La Figure 1-9-a montre les effets de la dureté du TPU sur les températures de transition vitreuse des segments flexibles et les températures de fusion des SS et des HS. Les courbes endothermiques (Figure 1-9-a) présentent trois pics larges à environ 65, 75 et 160°C, qui correspondent respectivement à la température  $T_g$  des SS, à la température  $T_m$  des SS et à la température  $T_m$  des HS. La  $T_g$  des HS n'est pas visible sur ces courbes car il est impossible de déterminer la  $T_g$  des HS. Cela suggère l'absence de domaines durs bien ordonnés dans les HS. La fusion des HS est apparue sous forme de pics multiples et larges, ce qui indique un désordre dans les HS et une miscibilité partielle de la phase dure dans les SS. Cela a également été confirmé par une diminution de l'enthalpie de cristallisation. Dans le cas du TPU 65 Shore A, des pics doubles ont été observés dans la région  $T_m$  HS, indiquant que des domaines durs désordonnés existaient dans les régions SS. Les TPU présumés à base de polyester 80 et 85 Shore A présentent trois types de régions de transition. Cependant, la  $T_g$  des HS n'est pas visible pour ces matériaux. L'échantillon 85 Shore A a révélé l'enthalpie  $\Delta H$  le plus élevé (1,57 J/g) et une  $T_m$  élevé (163°C), ce qui suggère que ce matériau présente le degré de séparation de phase le plus élevé. Les résultats de ces analyses montrent que les TPU présentent une dépendance de leurs propriétés thermiques à leur dureté. Les TPU plus durs présentent des températures de transition plus élevées et des enthalpies de fusion plus élevées. Ces résultats sont conformes aux attentes, car les TPU plus durs contiennent une proportion plus élevée de segments durs.

La Figure 1-9-b montre les résultats de l'analyse thermique mécanique dynamique (DMA) de TPU de différentes duretés. Le module de stockage ( $E'$ ) représente l'énergie stockée élastiquement par le matériau lors de la déformation, tandis que  $\tan(\delta)$  est un indicateur de la déformation viscoélastique. À basse température, un module de stockage élevé et constant reflète un état vitreux. Avec l'élévation de la température, le module de stockage diminue progressivement en raison de la transition vitreuse du segment mou. Cette diminution est généralement liée à la dureté des TPU. La baisse du module de stockage survient à une température plus élevée avec l'augmentation de la dureté des TPU. Cela suggère que les TPU

plus durs ont une meilleure capacité à restaurer l'énergie mécanique fournie au système. Les TPU plus durs sont plus rigides et ont une température de flexion plus élevée. Cela est dû à la présence d'une plus grande quantité de segments durs dans les TPU plus durs. Les TPU présentent également un plateau élastomérique à la température de flexion ( $T_{flex}$ ), définie comme la température au début de la région de plateau en caoutchouc, après la forte diminution du module. La largeur du plateau élastomérique augmente avec la dureté. Cela est probablement dû à la présence d'une plus grande quantité de segments mous dans les TPU plus durs. La valeur  $\tan(\delta)$ , qui décrit le rapport entre le module de stockage et le module de perte, est une mesure de la dissipation d'énergie du matériau. La température maximale de  $\tan(\delta)$ , observée à 27,06 °C pour la dureté de 85 Shore A, est similaire aux résultats de la DSC. Cela suggère que la température de transition vitreuse des segments souples augmente avec la dureté des TPU. Le module de stockage à 25 °C augmente significativement avec l'augmentation de la dureté, rendant le matériau plus rigide. L'ordre de ces valeurs est le suivant : 65 < 75 = 80 < 85 Shore A. La température d'écoulement ( $T_{flow}$ ) diminue généralement avec la dureté. Le module de stockage du plateau caoutchouteux a été évalué à température ambiante [94]. La hausse de  $T_{flex}$  et de  $T_{flow}$  en fonction de la dureté du TPU confirme que la dureté élevée du TPU favorise une plus grande miscibilité ou compatibilité entre HS et SS, attribuée à une teneur accrue en liaisons hydrogène. Ainsi, ces variations de température peuvent être associées aux propriétés de ténacité du TPU, spécifiquement à une dureté élevée, avec une augmentation de la température.

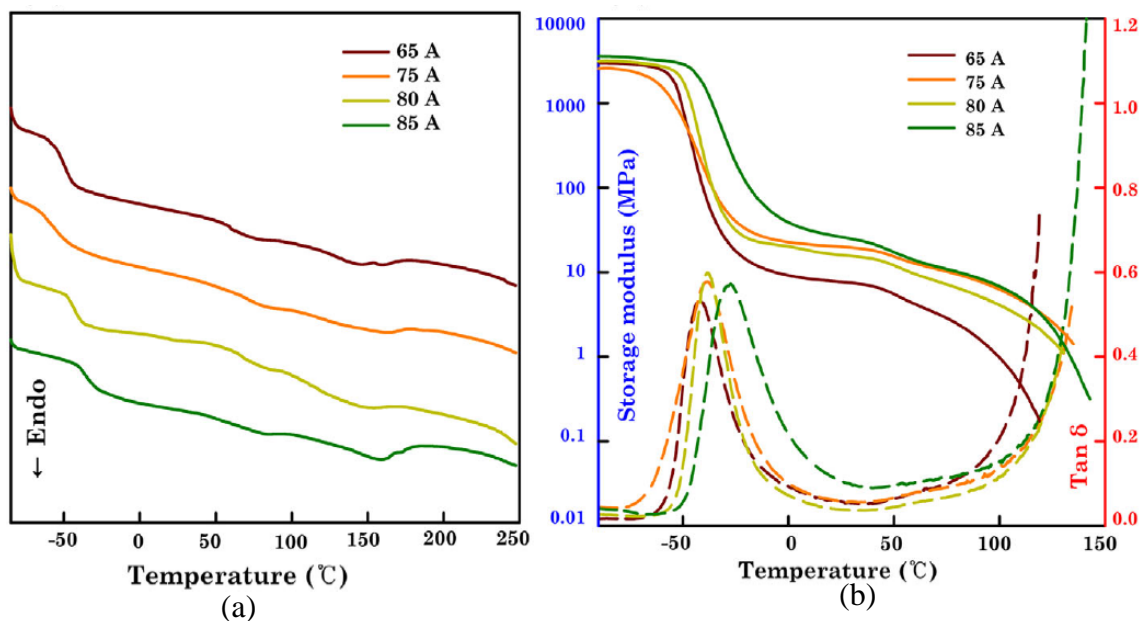


Figure 1-9: Courbes : a) DSC et b) DMA de filaments de TPU en fonction de la température[94].

Tableau 1-3: Résultats DSC et DMA de la TPU[94].

<b>Méthode</b>		<b>65A</b>	<b>75A</b>	<b>80A</b>	<b>85A</b>
<b>DSC</b>	SS $T_g$ (°C)	-50.8	-55.8	-42.4	-35.0
	SS $T_m$ (°C)	71.6	82.8	81.2	81.2
	HS $T_g$ (°C)	-	-	-	-
	HS $T_m$ (°C)	159.9	162.9	149.8	163.5
	$\Delta H$ of HS $T_m$ (J/g)	0.21	0.7	1.10	1.57
<b>DMA</b>	SS $T_g$ (°C)	-42.2	-38.6	-38.6	-27.4
	$G'$ (MPa)	9.5	16.1	16.1	27.4
	$T_{flex}$ (°C)	-15.5	-14.0	-14.8	-10.5
	$T_{flow}$ (°C)	103	134	133	134

### 1.7. Essai d'impact sur les composites

L'étude de l'impact sur les matériaux composites, en particulier ceux à base de fibres végétales, est un domaine de recherche en pleine expansion. Ces matériaux présentent une sensibilité particulière aux impacts, même à faible énergie, ce qui en fait un sujet d'intérêt majeur pour la communauté scientifique [95]. Plusieurs dispositifs sont utilisés pour évaluer le comportement à l'impact des composites. Parmi eux, on trouve les essais Charpy et Izod, les barres d'Hopkinson, et la tour de chute. Chacun de ces dispositifs offre des avantages spécifiques pour l'analyse des propriétés dynamiques des matériaux. Les essais Charpy et Izod, longtemps privilégiés pour les composites à fibres végétales, permettent de déterminer la résilience et le type de rupture du matériau. Cependant, ces méthodes présentent des limites en termes de précision et de répétabilité [96,97]. Face à l'utilisation croissante des composites à fibres végétales dans des applications structurales, la nécessité d'une caractérisation plus approfondie s'est imposée [97]. Dans ce contexte, les essais d'impact par tour de chute ont gagné en popularité. Cette méthode offre une simulation plus réaliste des conditions d'impact rencontrées dans la pratique, telles que la chute d'outils ou le contact avec d'autres matériaux [98,99]. La technique de tour de chute présente l'avantage de fournir des informations détaillées sur le comportement du matériau lors de l'impact. Elle permet d'analyser non seulement l'énergie absorbée, mais aussi les mécanismes d'endommagement et la réponse dynamique du composite. Des études ont également été menées sur des composites hybrides, combinant par exemple des fibres de verre et de lin, dans le but d'améliorer la résistance à l'impact tout en réduisant la masse et l'impact environnemental [100]. Par ailleurs, bien que la littérature sur le comportement en fatigue des composites à fibres végétales soit relativement abondante

[101,102], les études combinant fatigue et impact restent plus rares. Néanmoins, des travaux comme ceux menés sur les composites tissés chanvre/époxy [103] ont ouvert la voie à une compréhension plus approfondie de l'interaction entre ces deux phénomènes.

### **1.8. Conclusion et position du problème**

Les composites biosourcés suscitent un intérêt grandissant dans l'optique d'une meilleure prise en compte des aspects environnementaux dans les matériaux composites. En effet, l'utilisation de fibres d'origine naturelle pour renforcer une matrice polymère biosourcée permet d'obtenir des matériaux éco-responsables et durables. De nombreuses recherches sont ainsi menées pour remplacer les fibres synthétiques, notamment les fibres de verre, par des fibres végétales telles que le lin, le chanvre, le jute ou la ramie. Chaque type de fibres confère des propriétés spécifiques au composite final. Par rapport aux composites conventionnels, les composites biosourcés présentent généralement une densité plus faible, une biodégradabilité en fin de vie et des caractéristiques mécaniques intéressantes compte tenu de leur faible densité.

Des nouvelles études visent à optimiser les performances, de ces matériaux de ces matériaux notamment en termes d'amortissement des vibrations. En effet, l'intégration de couches viscoélastiques au sein du composite s'est avérée très efficace pour améliorer les capacités d'absorption des vibrations. Néanmoins, relativement peu de travaux ont porté jusqu'à présent sur l'incorporation de matériaux viscoélastiques dans les composites biosourcés. Pourtant, cette voie de recherche pourrait permettre d'élargir significativement le champ des applications de ces matériaux innovants.

C'est dans cette optique que se positionnent nos travaux, visant à explorer le comportement mécanique et vibratoire d'un composite biosourcés intégrant un matériau viscoélastique. Nous sommes intéressés à deux types d'empilement : composite Lin/PLA avec une couche viscoélastique et composite Lin/PLA avec deux couches viscoélastiques. L'impression 3D a été utilisée pour la fabrication. Les caractérisations menées en statique, fatigue, vibrations linéaires et sous impacts apportent un éclairage précieux sur les capacités de ces matériaux. À terme, cette recherche ambitionne d'élargir le potentiel des composites biosourcés, en exploitant notamment les possibilités offertes par l'impression 3D, technologie d'avenir dans ce domaine.



## **Chapitre 2 : Matériaux et outils d'analyse**

2.1.	Introduction.....	36
2.2.	Choix des matériaux.....	37
2.3.	Composite biosourcé.....	39
2.4.	Couche viscoélastique.....	41
2.5.	Désignation et procédé de fabrication.....	41
2.6.	Caractérisation mécanique en statique.....	43
2.7.	Caractérisation mécanique en fatigue.....	46
2.8.	Caractérisation vibratoire.....	48
2.9.	Caractérisation sous impact.....	50
2.10.	Comportement en traction statique des constituants et du composite.....	52
2.11.	Conclusion.....	55

## 2.1. Introduction

Les ressources fossiles, telles que le pétrole et le gaz naturel, sont épuisables et leur exploitation contribue au changement climatique[104]. Face à ces enjeux, le développement de produits d'origine végétale est une opportunité pour réduire notre impact sur l'environnement. Dans le domaine des composites, les matériaux biosourcés présentent plusieurs avantages par rapport aux composites traditionnels petro-source. Ils sont plus respectueux de l'environnement, recyclables et biodégradables. L'acide polylactique (PLA) est un exemple de matériau biosourcé qui présente un potentiel intéressant pour les composites[105]. Cette résine est fabriquée à partir d'amidon de maïs et possède des propriétés mécaniques comparables à celles des plastiques synthétiques. Les fibres végétales sont également des renforts potentiels pour les composites biosourcés. Elles présentent des propriétés mécaniques comparables à celles de quelques fibres synthétiques, sont recyclables et biodégradables. Les fibres de lin sont particulièrement prometteuses, car elles possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles des autres fibres végétales. Outre ces matériaux, le caoutchouc synthétique joue également un rôle crucial dans la fabrication de composites avancés. Utilisé principalement pour sa flexibilité et sa résistance à l'usure, le caoutchouc synthétique permet d'améliorer les propriétés d'absorption des chocs et la durabilité des composites. Il est largement utilisé dans diverses applications industrielles en raison de sa capacité à conserver ses propriétés mécaniques sous des conditions extrêmes, ce qui en fait un matériau polyvalent et fiable.

Ce chapitre présente en détail les matériaux et les méthodes expérimentales utilisées dans le cadre de cette thèse. Dans un premier temps, les critères de sélection des matériaux composites biosourcés sont exposés, menant au choix du biocomposite Lin / PLA renforcé par des fibres coupées de lin comme matériau de base. Les propriétés des fibres de lin et de la matrice PLA sont décrites. L'introduction d'une couche viscoélastique en TPU dans le composite est également abordée, visant à améliorer les performances vibratoires. La désignation et le procédé de fabrication par impression 3D des différents empilements de composite sont ensuite précisés. Les méthodes de caractérisation mécanique statique (essais de traction et de flexion), essais de fatigue, dynamique et sous impact sont détaillées, ainsi que les dispositifs expérimentaux associés. La caractérisation vibratoire par l'analyse des fréquences propres est également présentée. Enfin, la caractérisation en traction des constituants du composite (Lin / PLA et TPU) est décrite, permettant de déterminer leurs propriétés mécaniques intrinsèques comme données d'entrée pour les modèles théoriques. Ce chapitre fournit ainsi les bases

méthodologiques pour l'étude du comportement mécanique des composites biosourcés viscoélastiques sous différents types de sollicitations.

## **2.2. Choix des matériaux**

Plusieurs critères ont été soigneusement étudiés dans le cadre du processus de sélection parmi les différents matériaux candidats. Premièrement, une attention particulière est accordée aux propriétés des composites obtenus à partir de ressources biologiques. Pour faire d'économiser l'énergie, il est très important que les pièces aient de bonnes propriétés mécaniques tout en conservant une faible masse. En ce qui concerne les fibres, nous cherchons à obtenir une rigidité et une résistance spécifique élevées en les utilisant comme renforts « dans la peau d'un sandwich », notamment sous contraintes de traction et de compression. De plus, nous privilégions l'utilisation matériaux biosourcés, car cela permet de limiter les risques de rupture d'approvisionnement grâce à une gestion plus contrôlée des cultures. Cependant, pour mettre en place des structures mécaniquement efficaces, des matériaux d'origine partiellement synthétique, voire non biologique, peuvent être envisagés. Dans ce cas, des mesures, telles que le recyclage et la biodégradabilité sont prises en compte. Les indicateurs environnementaux et les fonctionnalités innovantes sont des critères périorbitaires.

### **2.2.1. Choix de la fibre**

L'analyse du diagramme de choix des matériaux, donné dans la Figure 2-1, montre les propriétés mécaniques intrinsèques  $E$  multipliées par  $\tan \delta$ . Ce diagramme a été obtenu en utilisant le logiciel CES (Cambridge E Selector). Il présente l'énergie initiale de production en fonction du prix des fibres naturelles les plus courantes. Parmi celles-ci, nous identifions trois types de fibres aux propriétés très similaires : la laine, le lin et le chanvre (Figure 2-1). Parmi ceux-ci, le lin et le chanvre sont privilégiés, car ils sont largement cultivés en Europe, notamment en France. La fibre de laine est, principalement, produite en Australie et en Asie. Le chanvre est souvent utilisé pour la production des composites renforcés par des fibres, mais le lin est désormais largement disponible et présente une gamme plus large sur le marché Français. Il est important de noter que le chanvre est difficile à filer en raison de son poids et le filage complexe des fibres rend la transformation plus laborieuse et dix fois plus lente que le filage du lin. C'est pour cette raison que les fibres de lin ont été choisies pour fabriquer des composites renforcés par des fibres courtes.

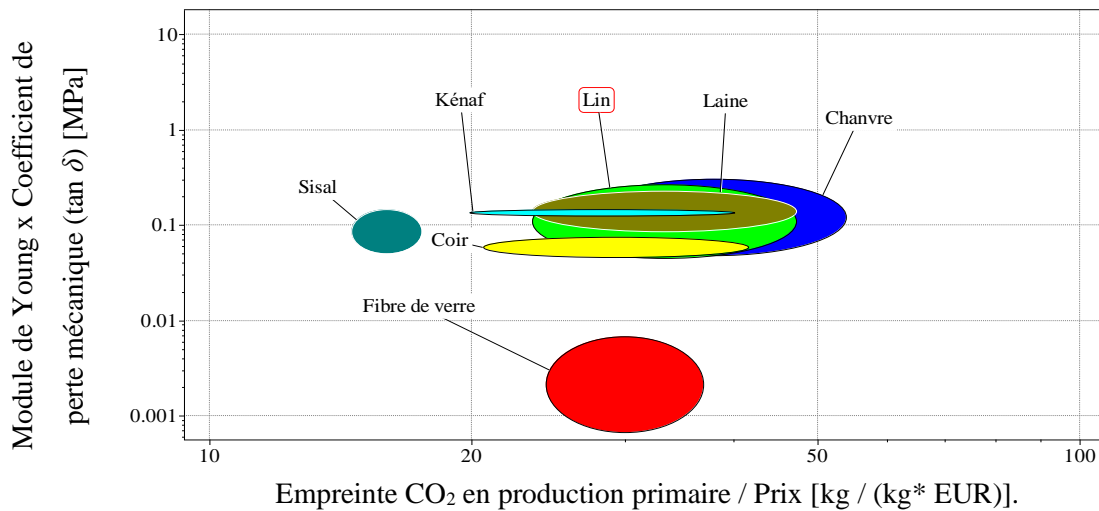


Figure 2-1 : Carte de sélection des fibres.

### 2.2.2. Choix de la matrice

L'analyse des propriétés spécifiques de résistance à la traction et à la compression permet d'identifier différents matériaux provenant des sources biologiques, comme le montre la Figure 2-2. En analysant les résultats de ce graphique, les trois principaux candidats sont le PHA (Acides poly-hydroxylés), le TS et le PLA. Cependant, les PHA ont été progressivement abandonnés en raison des coûts élevés et des impacts négatifs environnementaux associés à leur production.

Bien que le PHA possède des propriétés physiques similaires aux polymères synthétiques, le PLA se distingue par un meilleur compromis entre les propriétés mécaniques, coût et un moindre impact environnemental.

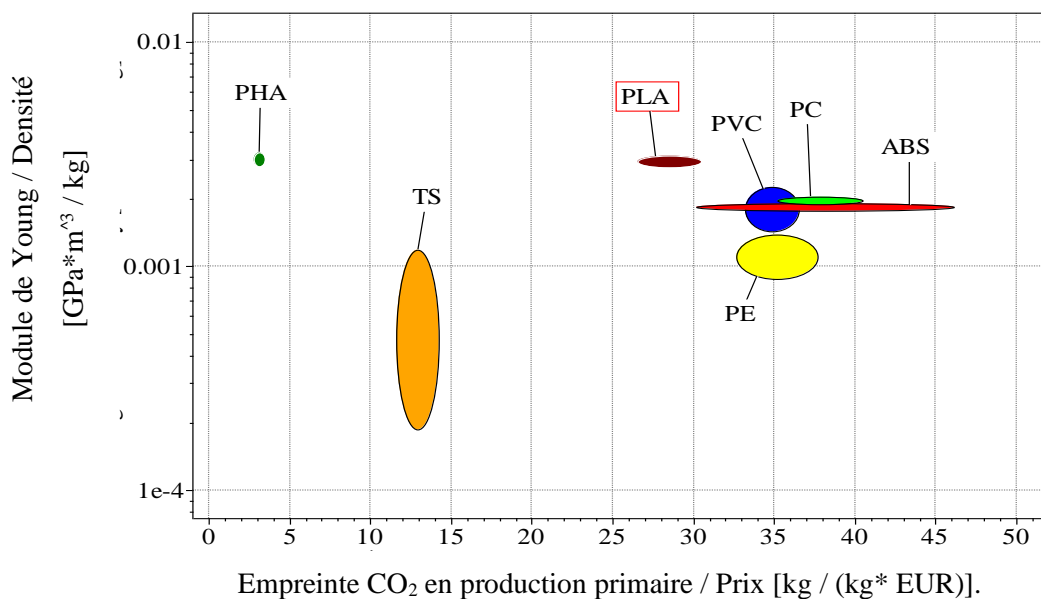


Figure 2-2 : Carte de sélection des Matrices.

## 2.3. Composite biosourcé

### 2.3.1. Les fibres de lin

L'extraction de la fibre de lin comporte plusieurs étapes : la récolte, la transformation, le battage et le pelage. Bos et al.[106] ont décrit en détail les différents composants de tiges de lin jusqu'aux microfibrilles de cellulose qui composent les fibres uniques. La fibre de lin est largement utilisée dans l'industries telles que la production d'huile de cuisson, la production de litière pour animaux et surtout la production de tissus d'habillement. Les recherches récentes se concentrent sur les composites à base de fibres naturelles de lin (Satyanarayana et al.[107]). Il est devenu possible d'évaluer les propriétés mécaniques en traction des fibres de lin et de les classer selon le diamètre et leur position dans la tige. Il convient de noter que le comportement mécanique des composites à fibres naturelles est significativement différent de celui des composites à fibres synthétiques conventionnels [108,109]. Les résultats de cette étude indiquent des propriétés mécaniques relativement élevées des éco-composites qui dépendent plusieurs paramètres et montrent un potentiel d'amélioration par des traitements appliqués aux fibres et/ou à leurs interfaces.

La microstructure des fibres de lin influence fortement leur comportement mécanique. En effet, les fibres de lin élémentaires présentent une section quasi hexagonale dont les propriétés géométriques varient de manière significative selon la longueur de la fibre. Cette variation de géométrie entraîne une dispersion des propriétés mécaniques des fibres. Celles-ci diffèrent également selon l'origine géographique et l'année de production des fibres [110]. Les principales propriétés mécaniques des fibres de lin sont : le module de Young en traction ( $E$ ), la déformation à la rupture ( $\epsilon_r$ ), la masse volumique ( $\rho$ ) et la contrainte à la rupture ( $\sigma_r$ ). Ces propriétés clés sont répertoriées dans le Tableau 2-1.

Tableau 2-1: Propriétés des fibres de lin [110,111].

Grandeur	$\rho$ [ $kg \cdot m^{-3}$ ]	$E$ [GPa]	$\sigma_r$ [MPa]	$\epsilon_r$ [%]
Intervalle	1450 - 1550	35 - 75	450 - 2200	1.35 - 3.5

### 2.3.2. Matrice PLA

La résine PLA a été largement étudiée dans la littérature en tant que matrice polymère pour les composites. Différents types de fibres d'origine végétale ont été utilisées comme renforts avec cette matrice principalement à base de PLA. Des travaux [112] comparent les propriétés mécaniques des composites Lin / PLA à celles des composites polypropylène/lin. L'ajout de 30% en poids des fibres de lin permet d'augmenter la rigidité du PLA de 3,4 à 8,4 GPa et

d'obtenir une résistance environ 50% supérieure à celle du composite Poly Propylène / lin (PP/lin). D'autres études mettent en avant la biodégradabilité des composites PLA/fibres végétales. L'effet du recyclage [113] et du vieillissement sur les propriétés a également été exploré. Des résultats similaires à ceux des composites PP/verre ont été obtenus [114]. Les composites à base de PLA et fibres de kenaf [115,116] font l'objet de nombreuses recherches analysant leurs propriétés mécaniques, thermiques et leur biodégradabilité [117]. Des études [118,119] ont montré que l'utilisation des fibres de jute comme renforts dans une matrice de PLA permet d'obtenir des propriétés en traction nettement supérieures à celles du PLA seul. D'autre part, l'analyse des mécanismes d'endommagement a révélé la présence du vide entre les fibres de jute et la matrice de PLA. Les principales caractéristiques du PLA ont été déterminées et sont résumées dans le Tableau 2-2 .

Tableau 2-2: Propriétés principales de la matrice en PLA [120].

Matériau	$E$ [GPa]	$R_m$ [MPa]	$A$ [%]	La résistance à la flexion [MPa]	Le module de flexion [MPa]
PLA	3 – 4	50 – 70	2 – 10	1000	4000 - 5000

Des recherches récentes se sont concentrées sur le développement des composites hybrides à matrice PLA renforcés avec différentes fibres végétales. La combinaison des fibres de coco flexibles avec des fibres de bambou et de kénaf qui offrent une rigidité et une résistance élevées, améliore les propriétés en traction et en flexion [121]. Subramani et al [122] a évalué les composites PLA renforcés des microfibrilles de cellulose et des fibres de bambou. Les résultats montrent que l'arrêt de la propagation brusque des fissures est induit par les microfibrilles de cellulose, lesquelles établissent une interphase dans la matrice du PLA autour des fibres de bambou. Cela se traduit par une amélioration de l'énergie de déformation jusqu'au point de rupture. Le matériau utilisé dans le cadre de cette thèse est composé du PLA extrudé en fil de diamètre 1,75 mm renforcé par des fibres courtes de lin (Figure 2-3). Ce matériel est fourni par NANOVIÀ, basée à Louargat, France[123].



Figure 2-3 : Bobine PLA / Lin.

## 2.4. Couche viscoélastique

Les élastomères thermoplastiques (TPE) ont été introduits sur le marché au milieu du siècle dernier et ont depuis connu un développement rapide, principalement en raison de leur mise en œuvre et de leurs propriétés mécaniques ajustables. Parmi les divers type TPE, la classe des élastomères thermoplastiques de polyuréthane (TPU) se distingue, promettant notamment d'imiter certaines propriétés des élastomères thermodurcissables classiques, telles qu'une grande extensibilité réversible et un faible module de Young ( $<20$  MPa), tout en offrant les avantages exceptionnels d'une facilité de mise en œuvre et de recyclabilité. Pour améliorer le comportement vibratoire des structures biocomposites, des couches de caoutchouc TPU (Figure 2-4) viscoélastique de différentes épaisseurs ont été introduites en impression 3D en couche intermédiaire du composite Lin / PLA. Les propriétés mécaniques de ces couches sont détaillées dans le Tableau 2-3.



Figure 2-4. Bobines de TPU Shore a 85.

Tableau 2-3: Propriétés de la couche viscoélastique TPU.

Matière	$E$ [MPa]	$\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\sigma_r$ [MPa]	Dureté [Shore a]
TPU	12	1190	26	85

## 2.5. Désignation et procédé de fabrication

### 2.5.1. Désignation

La couche viscoélastique (V) et la couche composite de Lin / PLA (C) sont présentée sur l'empilement des couches de la Figure 2-5. En fonction de l'épaisseur ( $t$ ) et du nombre de couches viscoélastiques, les composites sont désignés de la manière suivante :

C : Biocomposite de Lin / PLA,

CVC<sub>*t*</sub> : deux couches de Lin / PLA, séparées par une couche viscoélastique

CVCVC<sub>t</sub>: trois couches de Lin / PLA, séparées par deux couches viscoélastiques

Où "t" est l'épaisseur totale de la couche viscoélastique (1, 1,5 ou 2 mm) et b est la largeur .

Sept types de matériaux différents ont été considérés dans le travail de cette thèse (Tableau 2-4).

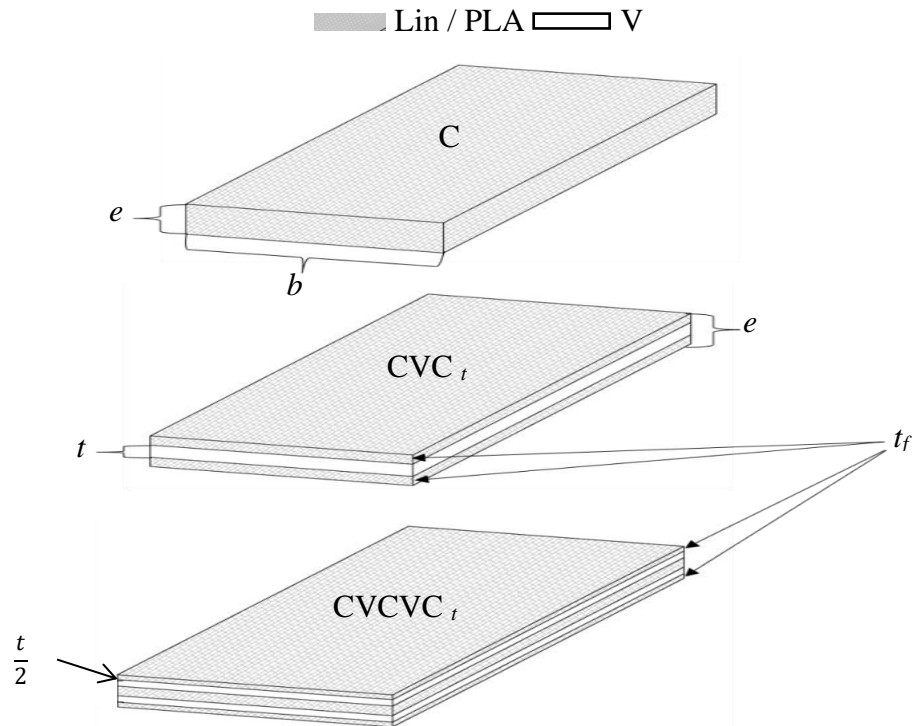


Figure 2-5: Empilement de couches.

Tableau 2-4: Désignation des matériaux.

Désignation	Nombre de couches V	Épaisseur de la couche viscoélastique $t$ (mm)	Épaisseur totale $e$ (mm)
C	0	0	
CVC <sub>1</sub>	1	1	
CVC <sub>1.5</sub>	1	1.5	
CVC <sub>2</sub>	1	2	5
CVCVC <sub>1</sub>	2	1	
CVCVC <sub>1.5</sub>	2	1.5	
CVCVC <sub>2</sub>	2	2	

### 2.5.2. Procédé de fabrication

Les éprouvettes en composites sont fabriquées à l'aide de la technique d'impression 3D. Les échantillons imprimés sont obtenus en alternant Lin / PLA et du caoutchouc avec une imprimante RAISE 3D 2 PLUS à double buse. La machine présentée sur la Figure 2-6, comprend deux têtes d'extrusion, des rouleaux de filament, une plateforme de construction et un mécanisme de contrôle des mouvements X-Y.



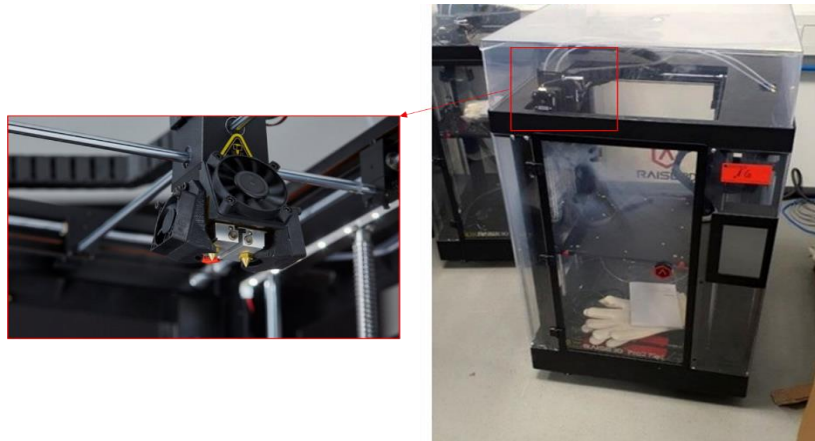


Figure 2-6: Imprimante 3D : RAISED 3D 2 PLUS.

Les paramètres d'impression (Tableau 2-5) sont optimisés et ajustés pour obtenir une meilleure qualité. Ces paramètres dépendent du matériau, de la forme de l'échantillon et du diamètre de la buse. Ayirmis et al.[124] ont constaté que l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'impression entraînait des écarts significatifs, conduisant à une augmentation de la porosité dans la section transverses de l'échantillon. Une porosité accrue se traduit par des propriétés mécaniques plus faibles. Les résultats ont indiqué que la réduction de l'épaisseur de la couche d'impression améliore la résistance et le module de Young des éprouvettes. C'est pourquoi nous avons opté pour l'épaisseur minimale d'impression de couche afin d'obtenir les propriétés mécaniques les plus performantes. Chaque matériau a été imprimé couche par couche selon un schéma alternatif [+45/-45] jusqu'à l'obtention de l'épaisseur souhaitée.

Tableau 2-5: Paramètres d'impression

	<b>Lin / PLA</b>	<b>TPU</b>
<b>Diamètre de la buse (mm)</b>	0,4	0,4
<b>Température d'impression (C°)</b>	220	240
<b>Vitesse d'impression (mm/s)</b>	40	10
<b>Température de plateau (C°)</b>	55	55
<b>L'épaisseur de la couche (mm)</b>	0,02	0,02

## 2.6. Caractérisation mécanique en statique

La caractérisation du comportement mécanique des biocomposites est une tâche complexe, due à la nature hétérogène de ces matériaux. L'application de la théorie des stratifiés est une approche théorique qui permet d'évaluer les propriétés mécaniques des biocomposites lors des essais statiques. La théorie des stratifiés repose sur l'hypothèse que le matériau composite est un assemblage d'éléments homogènes, appelés couches. Les propriétés mécaniques de chaque

couche sont déterminées expérimentalement. L'application de la théorie des stratifiés permet de calculer les propriétés mécaniques globales du matériau en composite, telles que la résistance en traction, la résistance en compression, la rigidité en flexion, etc. Cette approche est largement utilisée par la communauté pour étudier le comportement mécanique des biocomposites. Elle permet de prédire les propriétés mécaniques des composites avant leur fabrication, ce qui est utile pour la conception et la validation des applications[125–127].

La caractérisation des composites en statique représente une étape cruciale pour appréhender leur comportement mécanique. Parmi les divers essais expérimentaux, la traction et la flexion sont comme les méthodes les plus fréquemment employées.

L'essai de traction permet de déterminer les propriétés mécaniques telles que la résistance en traction, le module d'élasticité en traction, la limite d'élasticité en traction, et l'allongement à la rupture en traction. Quant à l'essai de flexion, conduit à évaluer la résistance en flexion, le module d'élasticité en flexion, de la limite d'élasticité en flexion et la rupture en flexion. Bezzazi et al. [128], Idriss et al. [129], ainsi que Hammami et al. [130], ont investigué le comportement mécanique en traction et en flexion de divers composites possédant différentes séquences d'empilement. Ces travaux ont démontré que le comportement mécanique des composites est influencé par plusieurs facteurs, notamment la nature des fibres, la longueur des fibres, la concentration des fibres dans la matrice, la nature de la matrice, et l'orientation des fibres. De nombreuses études ont été menées sur les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres de lin. Parmi celles-ci, on peut citer les travaux de Assarar et al. [131] ainsi que Poilane et al.[132]. Ces travaux ont montré que la résistance à la traction des composites renforcés par des fibres de lin peut atteindre 250 MPa, ce qui est comparable à celle des composites renforcés par des fibres de verre. La densité des composites renforcés par des fibres de lin est généralement inférieure à celle des composites renforcés par des fibres synthétiques, ce qui contribue à leur légèreté. Une variabilité des caractéristiques mécaniques a été observée dans les résultats concernant les composites à base de fibres de lin. Cette variabilité est principalement associée aux variations locales des propriétés des fibres naturelles. Ces variations peuvent être dues à plusieurs facteurs tels que la nature de fibres, le mode de récolte, le traitement des fibres.

### **2.6.1. Essai de traction**

Les propriétés mécaniques en statique du biocomposite et du couche d'élastomère est déterminées par des essais de traction, conformément à la norme ASTM D638 [133]. Les éprouvettes de biocomposite à tester ont une forme d'haltère avec une largeur de 10 mm et une épaisseur de 4 mm. Pour Le TPU a une largeur de 6 mm et une épaisseur de 5 mm. L'essai est

réalisé sur une machine hydraulique de traction de type INSTRON (Figure 2-7). Un capteur d'effort de 10 kN est utilisé pour mesurer la force appliquée à l'éprouvette. La vitesse d'essai est fixée à 1 mm/min.

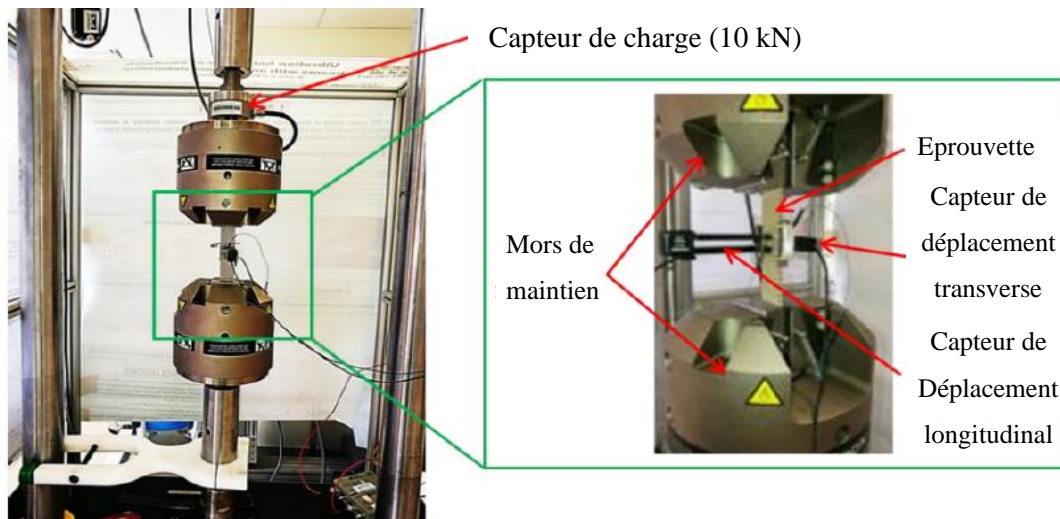


Figure 2-7: Dispositif expérimental de traction.

### 2.6.2. Essai de flexion

Des essais de flexion trois points est réalisés sur des échantillons en composites conformément à la norme ASTM C393. Une charge quasi-statique et une vitesse de déplacement de 5 mm/min sont utilisées pour ces essais. Un équipement comprenant une cellule de charge de 1kN a été utilisé. Des éprouvettes en composites mesurant 5 mm d'épaisseur, 25 mm de large et 70 mm de long ont été utilisées dans ces essais. Les éprouvettes sont testées jusqu'à la rupture en flexion 3 points, avec un entraxe entre appuis de 50 mm  $\pm$ 1. Pour réduire l'incertitude expérimentale, cinq échantillons sont considérés pour chaque empilements. Ces essais ont permis d'identifier la rigidité en flexion et en cisaillement du composite biosourcé. Une enceinte thermique, comme le montre la Figure 2-8, a été utilisée pour maintenir une température ambiante régulée pendant les essais. La norme ASTM C393/C393 définit la contrainte de flexion maximale de la couche externe d'un composite. Cette contrainte est un indicateur de la résistance du composite aux forces de flexion lorsqu'il est associé à des poutres viscoélastiques.

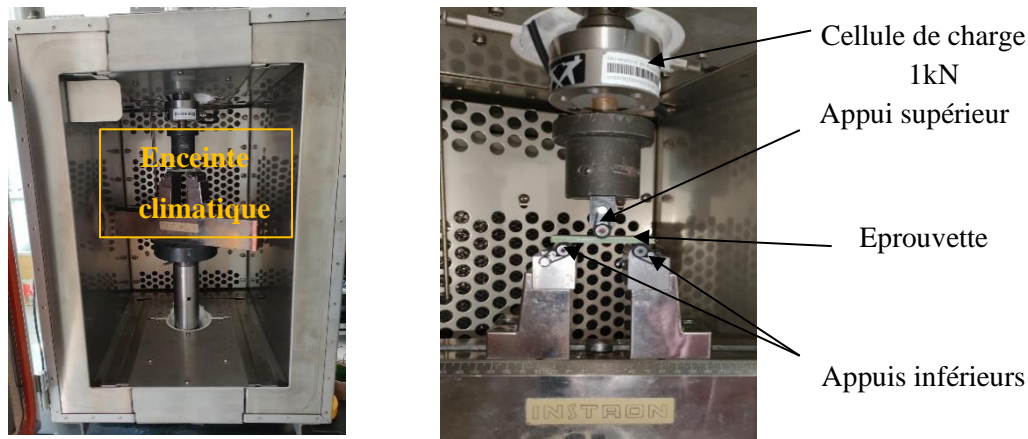


Figure 2-8: Diapositif expérimental de l'essai de flexion trois points dans l'enceinte climatique

## 2.7. Caractérisation mécanique en fatigue

La fatigue est un phénomène de rupture progressive d'un composite soumis à des sollicitations cycliques. Il est fréquemment rencontré dans de nombreux secteurs industriels, tels que l'aéronautique, l'automobile, la construction mécanique, etc. Les premières études fondamentales sur la fatigue ont été menées par Wöhler au XIXe siècle. Il a montré que la durée de vie d'un matériau soumis à des sollicitations cycliques dépend de la contrainte maximale appliquée.

Les essais de fatigue sont des essais mécaniques qui permettent de caractériser la résistance à la fatigue des matériaux. Ils peuvent être réalisés selon différentes modalités, qui sont définies par le type de sollicitation, la fréquence de sollicitation et la forme d'onde de chargement. Les essais de fatigue peuvent être réalisés avec différentes sollicitations, telles que la flexion, la compression, la traction, la torsion ou le cisaillement. La forme de chargement est la variation de la contrainte ou de la déformation au cours du temps. Elle peut être sinusoïdale, triangulaire, carrée ou aléatoire.

Les essais de fatigue peuvent être réalisés selon deux types de sollicitation :

-La sollicitation avec une force imposée : Dans ce cas, la force appliquée à l'éprouvette est constante en amplitude et en fréquence. La déformation de l'éprouvette varie en fonction de la force appliquée. Si le champ des contraintes dans l'éprouvette est homogène, alors l'essai est réalisé en contrainte imposée.

-La sollicitation avec un déplacement imposé : Dans ce cas, le déplacement appliqué à l'éprouvette est constant en amplitude et en fréquence. La force nécessaire pour créer ce déplacement varie en fonction du déplacement appliqué. Si le champ de déformation dans l'éprouvette est homogène, alors l'essai est réalisé en déformation imposée.

Les essais de fatigue sont généralement réalisés à l'aide des contraintes ou des déplacements sinusoïdaux et dépendent de plusieurs paramètres importants pour la, tels que, dans le cas d'un déplacement contrôlé :

$$\text{Le déplacement moyen} \quad d_m = \frac{d_{max} + d_{min}}{2} \quad (2.1)$$

$$\text{L'amplitude du déplacement} \quad d_a = \frac{d_{max} - d_{min}}{2} \quad (2.2)$$

$$\text{Le rapport de déplacement} \quad R_d = \frac{d_{min}}{d_{max}} \quad (2.3)$$

$$\text{Le niveau de déplacement} \quad r = \frac{d_{max}}{d_{rup}} \quad (2.4)$$

Dans le cas cadre de ce travail de thèse, les essais de fatigue sont conduits en déplacement imposé et se décomposent en deux types distincts pour une analyse plus approfondie du comportement mécanique de l'ensemble nos matériaux.

### 2.7.1. Essais fatigue jusqu'à la rupture

Tout d'abord, des essais de fatigue conventionnelle sont menés jusqu'à la rupture. Ces essais sont conduits en déplacement imposé avec une forme d'onde sinusoïdale à une fréquence de 5 Hz. Les valeurs du déplacement moyen et de l'amplitude sont maintenues constantes égales respectivement à 2 mm et +/- 0,5 mm (Figure 2-9). Ces conditions ont été définies après plusieurs essais préliminaires et permettent de caractériser le comportement en fatigue de l'ensemble de nos matériaux jusqu'à rupture et de les comparer entre eux.

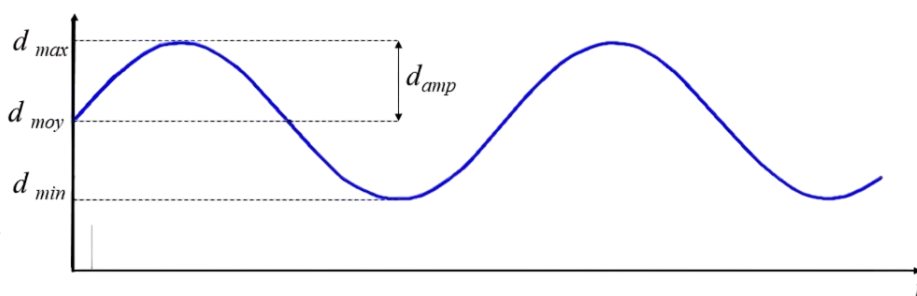


Figure 2-9 : Signal sinusoïdal d'un essai de fatigue en déplacement contrôlé.

### 2.7.2. Essais de fatigue cycliques avec palies

Ces essais ont but de caractériser le comportement en fatigue des différents matériaux et d'évaluer leurs l'amortissement à différents niveaux de chargement. Ils sont effectués en utilisant une forme d'onde sinusoïdale avec une fréquence constante de 5 Hz. Ces essais consistent à imposer un niveau de chargement initial avec une valeur moyenne de déplacement de 0,5 mm, suivi de 100 cycles de fatigue. Le déplacement est augmenté à chaque fois de 0,5 mm pour les niveaux de chargement suivant en gardant la même amplitude et le même nombre de cycle de fatigue (Figure 2-10). Cette séquence est répétée jusqu'à atteindre 12 niveaux de

chargement. Cette approche vise à explorer la réaction du matériau face à des charges cycliques successives, mettant en lumière sa résistance à la fatigue sous diverses amplitudes. Notons que l'influence de la température a été caractérisée en faisant varier cette dernière de 20 à 50 °C tous les 10° pour l'ensemble des matériaux d'étude.

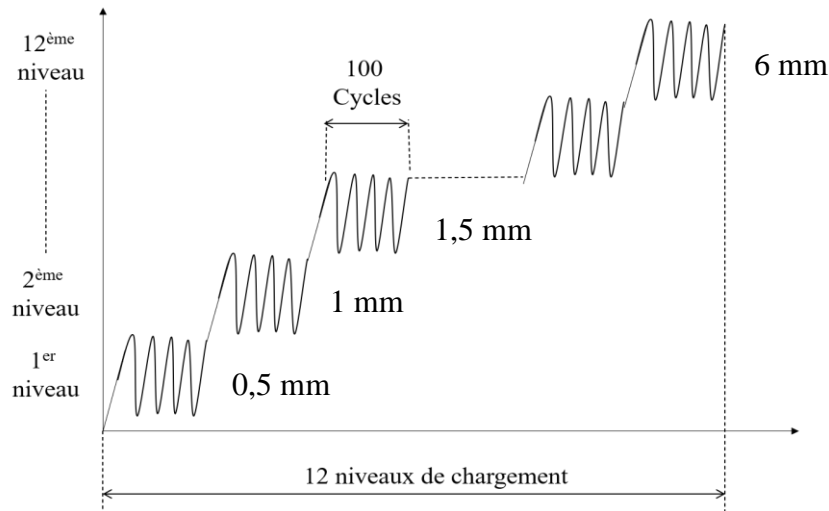


Figure 2-10: Essai cyclique.

## 2.8. Caractérisation vibratoire

Les mesures des fréquences propres en flexion des poutres composites peuvent être effectuées de deux manières différentes. La première méthode implique une excitation par balayage de fréquences, où un pot vibrant applique une excitation sinusoïdale à la poutre avec une augmentation progressive de la fréquence. La réponse de la poutre est ensuite mesurée à l'aide d'un accéléromètre ou d'un vibromètre laser. La deuxième méthode consiste en une excitation par impact, où un marteau de choc applique une excitation impulsive à la poutre, et la réponse de la poutre est mesurée de manière similaire à l'excitation par balayage de fréquences.

Les fréquences propres sont déterminées à partir de la Fonction de Réponse en Fréquence (FRF), qui représente la réponse de la poutre en fonction de la fréquence. La FRF peut être représentée sous différentes formes, notamment les diagrammes de Bode et les diagrammes de Nyquist. Dans le diagramme de Bode, les fréquences propres correspondent aux pics de résonance de la courbe de gain. Dans le plan de Nyquist, la FRF se présente sous la forme d'un cercle près des résonances, où ces cercles correspondent aux points de rupture de la courbe de gain. La fréquence propre d'un mode de vibration est définie comme étant la fréquence à laquelle la poutre vibre de manière harmonique sans amortissement.

La méthode du "Circle Fitting"[134] est une approche permettant de déterminer les propriétés modales en projetant la FRF dans le plan de Nyquist (Figure 2-11). Cette méthode implique la

recherche des caractéristiques du cercle qui interpole au mieux les points expérimentaux de la FRF. L'optimisation de cette interpolation peut être réalisée au moyen de divers algorithmes. La pulsation de résonance, notée  $\omega_r^i$  peut être directement mesurée à partir des propriétés du cercle. Cette pulsation de résonance représente la fréquence à laquelle la poutre vibre de manière harmonique sans amortissement (eq (2. 5)).

$$\eta_i = \frac{\omega_a^2 - \omega_b^2}{\omega_r^i (\omega_a \tan \frac{\theta_a}{2} + \omega_b \tan \frac{\theta_b}{2})} \quad (2. 5)$$

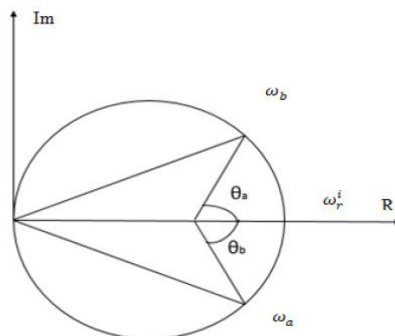


Figure 2-11 : Exemple typique d'un cercle d'interpolation pour la méthode de Circle-Fitting.

La méthode de la bande passante [134] consiste à isoler chaque pic de résonance de la FRF représentant l'amplitude en fonction de la fréquence. La fréquence de résonance propre  $f_i$  du mode  $i$  peut alors être déterminée à partir de la position du pic (eq (2.6)). Le coefficient d'amortissement  $\eta_i$  du mode  $i$  est ensuite calculé à partir de la largeur de la bande passante  $\Delta f_i$ , définie comme la différence entre les fréquences d'intersection  $f_{i1}$  et  $f_{i2}$ , telle que la FRF soit réduite de 3 dB par rapport à son amplitude maximale (Figure 2-12).

$$\eta_i = \frac{\Delta f_i}{f_i} = \frac{f_{i2} - f_{i1}}{f_i} \quad (2.6)$$

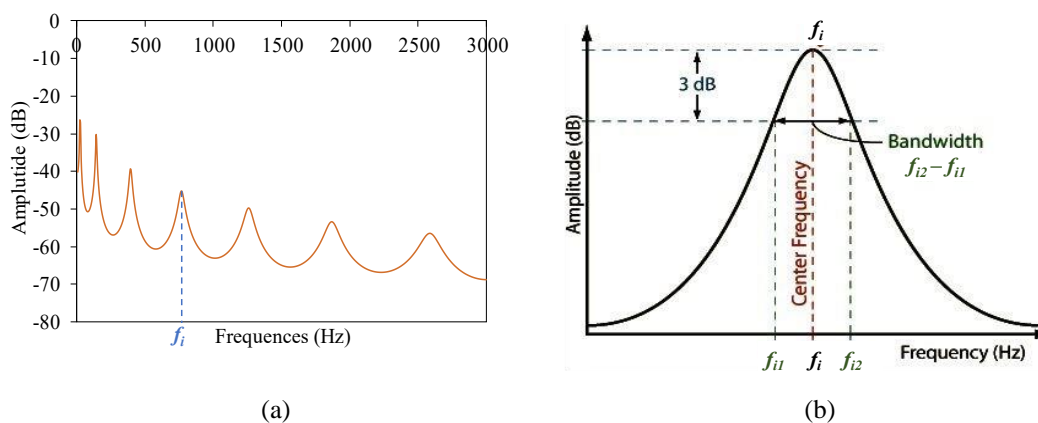


Figure 2-12: Méthode de la bande passante : a) Exemple typique d'un FRF, b) Mesure à -3dB

## 2.9. Caractérisation sous impact

Les biocomposites présentent des caractéristiques anisotropes et hétérogènes, ce qui rend complexe le suivi de l'évolution des dommages au sein de ces matériaux. Cette évolution dépend non seulement du type et du niveau des contraintes, mais également de la direction de la force appliquée [135]. En général, la résistance des composites dans le plan extérieur est significativement inférieure à celle dans le plan intérieur. Cette disparité s'explique par le fait que les fibres, constituant la principale résistance des composites, sont généralement orientées dans le plan intérieur. L'utilisation des composites dans le transport exige une compréhension approfondie de la progression et de la tolérance des défaillances, surtout à l'intérieur du composite. Ces connaissances revêtent une importance cruciale pour garantir la sécurité des véhicules en cas d'accident.

Le test d'impact avec tour de chute est une méthode couramment utilisée pour évaluer les propriétés d'impact des composites. Par exemple, il permet d'étudier la résistance des composants à un impact à faible vitesse, conformément aux normes suivantes : ASTM 5628-96, D 7136 et D 7136 M – 07. L'essai consiste à faire tomber d'une hauteur calibrée un impacteur de masse connue sur une éprouvette fixée. L'accélération, le déplacement et la force de l'impacteur sont mesurés pendant la durée de l'impact. En fonction des paramètres de l'essai, tels que l'épaisseur du composite, la masse, la forme, le diamètre et la vitesse de l'impacteur, il est possible d'étudier une perforation partielle ou totale de l'éprouvette.

Pour l'essai d'impact à faible vitesse, l'équation de l'énergie est donnée par la formule suivante :

$$E_i = mgh = \frac{1}{2}mV_0^2 \quad (2.7)$$

Où :

$m$  est la masse de l'impacteur

$h$  est la hauteur de la chute,

$g$  est l'accélération de la pesanteur,

$V_0$  est la vitesse à l'instant juste avant l'impact.

La relation entre la force et l'accélération fournit la possibilité de déterminer la vitesse à chaque instant. En effet, l'accélération représente la dérivée de la vitesse, ce qui permet de déduire la vitesse en intégrant l'accélération. À la fin de l'impact (point D Figure 2-13), la vitesse de l'impacteur est nulle. L'énergie absorbée par l'éprouvette peut alors être calculée en intégrant la force sur la durée totale de l'impact. L'historique de l'impact, enregistrés avec la force en fonction du temps ou de déplacement en fonction de la force, est une représentation courante de la réponse à l'impact à faible vitesse (Figure 2-13). L'historique de la force d'impact fournit



des informations importantes sur l'initiation et la propagation des dommages. Le point A correspond à l'instant où le dommage commence à se propager dans le composite. Ce point est souvent caractérisé par une augmentation soudaine de la force d'impact. Le point B correspond à la valeur maximale de la force d'impact enregistrée. Cette valeur est souvent utilisée pour caractériser la résistance à l'impact du composite. Le point C correspond à la déflexion maximale du composite. Cette valeur est souvent utilisée pour caractériser la capacité d'absorption d'énergie du composite.

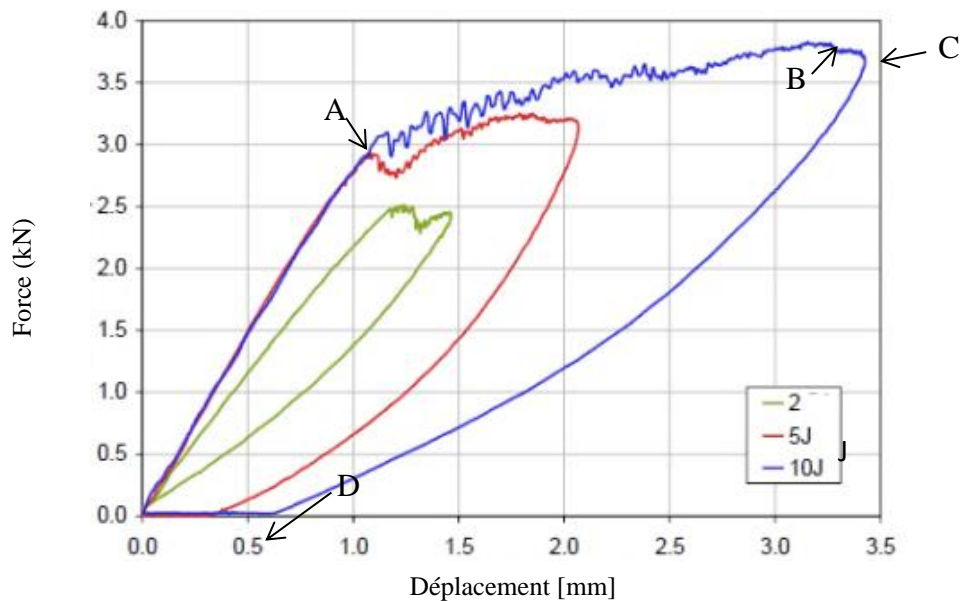


Figure 2-13: Courbe de la force en fonction du déplacement.

D'autre part, il convient d'étudier l'énergie absorbée comme la quantité d'énergie transférée de l'impacteur à l'échantillon à la fin de l'essai. La représentation graphique de la variation de l'énergie en fonction du temps est présentée dans la Figure 2-14.

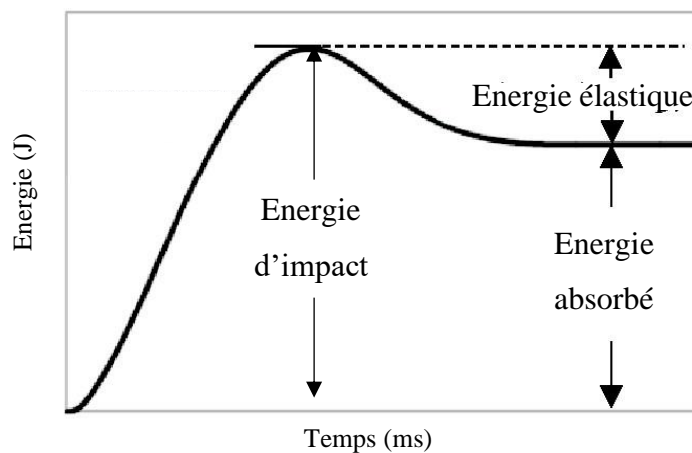


Figure 2-14: Courbe de l'énergie absorbée en fonction du temps.

L'énergie d'impact est l'énergie transmise par un impacteur à une structure. Elle est représentée par le pic sur le diagramme et elle se compose de deux éléments : L'énergie absorbée est l'énergie dissipée dans la structure lors de l'impact qui est responsable des dommages dans la structure. L'énergie élastique est l'énergie restituée par la structure lors de l'impact. Cette énergie est responsable du rebond de l'impacteur.

Les essais d'impact réalisés durant ces travaux de recherche ont pour but de caractériser le comportement sous choc des composites biosourcés intégrant une couche viscoélastique. La réponse des matériaux composites à un impact est importante pour des applications liées à la sécurité, telles que l'automobile, l'aérospatiale ou la protection des personnes. Différentes énergies d'impact (2, 5, 10, 15 et 20J) ont été appliquées sur des échantillons présentant différentes d'empilements et épaisseurs de la couche viscoélastique. L'analyse des données recueillies a permis de quantifier la résistance au choc des composites et leur capacité à dissiper l'énergie d'impact.

## **2.10. Comportement en traction statique des constituants et du composite**

Les essais de traction représentent une étape fondamentale visant à déterminer les principales caractéristiques des matériaux.

Plus spécifiquement, les essais de traction permettent d'obtenir : la résistance à la traction maximale ( $\sigma_{max}$ ), l'allongement à la rupture ( $A$  %), le module de Young ( $E$ ) et coefficient de Poisson ( $\nu$ ). Les essais de traction sont également indispensables pour la réalisation et l'interprétation d'autres types d'essais, tels que les essais cycliques et les essais en dynamique. Ces derniers nécessitent des données de référence sur les propriétés mécaniques des matériaux, fournies par les essais de traction.

### **2.10.1. Protocole expérimental**

Les essais de traction (Figure 2-15) ont été réalisés sur des éprouvettes de composites Lin / PLA et TPU, imprimées en 3D selon les paramètres définis dans le Tableau 2-5. Les éprouvettes ont la forme d'un haltère de type I, conforme à la norme ASTM D638. Les essais ont été effectués sur une machine hydraulique standard INSTRON, équipée d'un capteur de charge de 10 kN et d'une vitesse de 1 mm/min. La couche viscoélastique est, également, testée sur la même machine, avec un capteur de charge de 1 kN. La longueur utile des éprouvettes est de 100 mm. Un extensomètre a été utilisé pour mesurer le déplacement transversal. La position des mors mobiles a été utilisée pour déterminer le déplacement longitudinal. Afin de garantir la répétitivité des mesures et minimiser les erreurs expérimentales, cinq éprouvettes, au moins, ont été et testées pour chaque type de matériau.

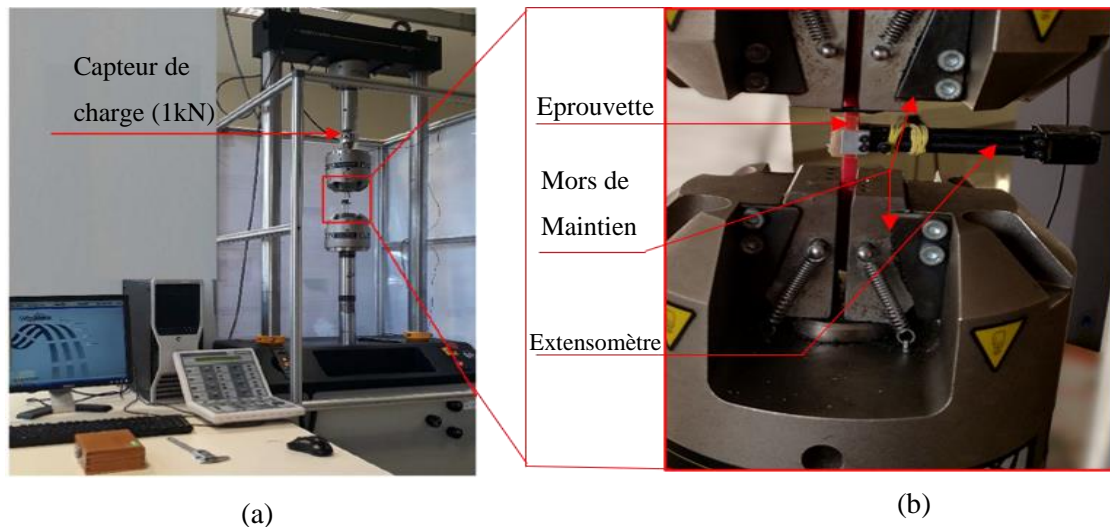


Figure 2-15: Dispositif expérimental de traction : a) vue d'ensemble et b) vue en détail

### 2.10.2. Résultats et interprétations

Les courbes représentées en noir dans la Figure 2-16 représentent la moyenne d'au moins cinq essais, tandis que la bande grise illustre la déviation observée dans les essais réalisés. Ces essais ont été réalisés pour caractériser les matériaux en tenant compte de la procédure de production couche par couche. Les courbes d'essais du composite Lin / PLA obtenues lors des essais sont en bonne coïncidence (Figure 2-16-a). Deux types de comportement ont été observés : le premier est la zone élastique linéaire, qui ne dépasse pas 1% en déformation. Les paramètres élastiques (Tableau 2-6) tels que le module de Young et le coefficient de Poisson ont été déterminés dans cette section. Ensuite, les courbes révèlent une réponse non linéaire, pouvant être associée à la déformation plastique du matériau. Les résultats des échantillons de caoutchouc (couche viscoélastique) sont présentés à la Figure 2-16-b. La déformation de la partie élastique ne dépasse pas 10 %. L'allongement de la couche viscoélastique est en moyenne de 400%, ce qui s'explique par la nature hyperélastique du caoutchouc. D'une part, en ce qui concerne les composites Lin / PLA, on peut observer que leurs propriétés mécaniques varient en fonction de la direction de la charge. Ceci est dû au comportement anisotrope qu'ils présentent et qui est principalement influencé par la façon dont les fibres de lin sont orientées dans le composite.

Tableau 2-6: Propriétés mécaniques des échantillons déduites des essais de traction

	$E$ [MPa]	$\nu$	$\epsilon$ [%]	$R_{max}$ [MPa]
<b>Lin / PLA</b>	$2720 \pm 100$	$0,29 \pm 0,01$	$4,1 \pm 0,1$	$36 \pm 1$
<b>Caoutchouc</b>	$13 \pm 1$	$0,47 \pm 0,02$	$423 \pm 40$	$9,5 \pm 1$
<b>CVC<sub>1</sub></b>	$2010 \pm 100$	-	$4,6 \pm 0,1$	$26 \pm 1$

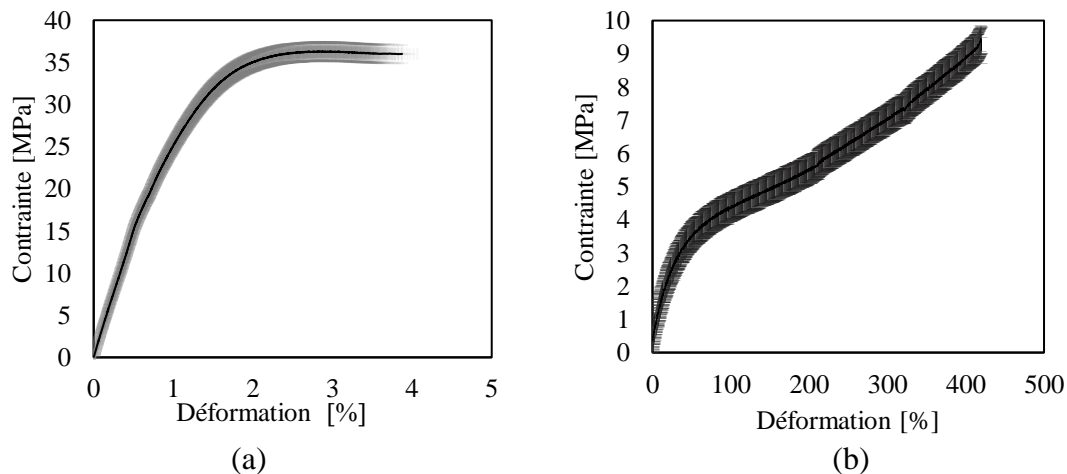


Figure 2-16: Évolution de la contrainte en fonction de la déformation : a) composite Lin /PLA et b) caoutchouc

D'après la courbe présentée dans la Figure 2-17, on peut observer l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un composite CVC<sub>1</sub>.

La courbe montre une augmentation rapide de la contrainte jusqu'à atteindre une valeur d'environ 25 MPa pour une déformation d'environ 1,2%. Ensuite, la courbe continue d'augmenter mais avec une pente plus douce jusqu'à une déformation d'environ 4,5%, où la contrainte atteint sa valeur maximale. Au-delà de cette déformation de 4,5%, on observe une chute progressive de la contrainte, indiquant un comportement adoucissant du matériau sous de plus grandes déformations. Cette évolution représente un bon compromis entre les propriétés Lin/PLA et celles du caoutchouc. Cela s'explique sûrement par le rôle du caoutchouc qui absorbe l'énergie et autorise des déformations plus importantes avant la rupture. Donc le fait d'avoir intégré une couche de caoutchouc dans le composite CVC<sub>1</sub> semble modifier significativement son comportement mécanique par rapport au Lin / PLA sans renfort caoutchouc. Cela permet d'obtenir un matériau plus ductile, avec une résistance mécanique légèrement inférieure mais une capacité de déformation plus importante.

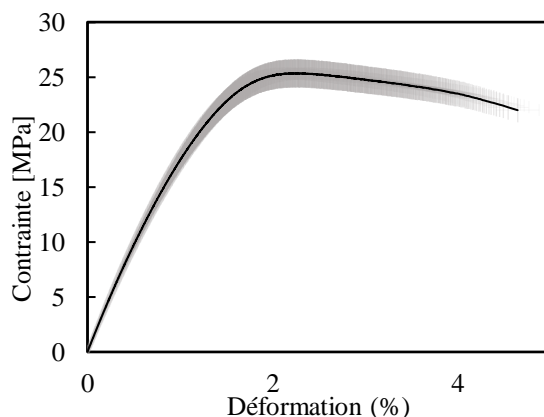


Figure 2-17: Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour CVC<sub>1</sub>

## 2.11. Conclusion

Ce chapitre a présenté de manière approfondie les différents matériaux et méthodes expérimentales utilisés dans le cadre de cette thèse pour caractériser le comportement mécanique des composites. Tout d'abord, le choix des principaux constituants du composite a été justifié. Les fibres de lin ont été sélectionnées comme renforts en raison de leurs propriétés mécaniques intéressantes et de leur origine biosourcée. La matrice PLA a été choisie pour ses bonnes propriétés mécaniques et sa biodégradabilité. L'ajout d'une couche viscoélastique en TPU vise à améliorer les performances vibratoires du composite. La désignation et le procédé de fabrication par impression 3D des différents empilements de composite ont été détaillés. Cette technique permet d'obtenir des échantillons avec différentes configurations de couches Lin /PLA et TPU.

Les méthodes de caractérisation mécanique statique (traction, flexion), en fatigue, en vibration et sous impact ont ensuite été présentées. Ces essais permettent d'évaluer les propriétés mécaniques des composites dans différentes conditions de sollicitation. L'analyse des résultats des essais de traction statique a montré que l'ajout de la couche viscoélastique en TPU modifie significativement le comportement du composite. Celui-ci présente un comportement plus ductile, avec un pic de contrainte plus élevé suivi d'un adoucissement progressif, comparé au composite Lin /PLA sans renfort. Cela s'explique par le rôle du caoutchouc qui absorbe l'énergie et autorise des déformations plus importantes avant la rupture. Ces résultats soulignent l'intérêt d'intégrer une couche viscoélastique dans un composite biosourcé pour obtenir un matériau plus performant mécaniquement, tout en conservant des propriétés écologiques intéressantes. Les prochains chapitres de la thèse exploiteront en détail les résultats des différents essais mécaniques réalisés sur ces composites afin de caractériser leur comportement sous diverses sollicitations et d'optimiser leurs performances.

## **Chapitre 3 : Effet de l'intégration d'une couche viscoélastique sur les propriétés mécaniques**

3.1.	Introduction.....	57
3.2.	Comportement des composites en statique .....	58
3.3.	Comportement des composites en fatigue.....	62
3.4.	Comportement des composites en vibration .....	71
3.5.	Conclusions .....	78

### 3.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude approfondie de l'impact de l'intégration d'une couche viscoélastique en caoutchouc sur les propriétés mécaniques d'un composite à matrice PLA renforcée par des fibres de lin. L'objectif principal est d'évaluer, de manière systématique, comment l'ajout de cette couche spécifique influe sur les propriétés mécaniques des composites Lin/PLA en termes de rigidité, amortissement, résistance mécanique et endurance en fatigue.

Des essais de flexion trois points sont menés sur des éprouvettes avec et sans couche(s) viscoélastique(s) intercalée(s). L'influence de plusieurs paramètres clés, tels que l'épaisseur et le nombre de couches viscoélastiques, sur le comportement mécanique du matériau est étudiée en détail. Cette étude est basée sur des mesures de flèche, de rigidité, de contrainte et de résistance au cisaillement. Ces essais visent à déterminer le composite optimal permettant d'allier rigidité et capacité d'absorption des vibrations.

De plus, le comportement en fatigue de ces composites est étudié par des essais cycliques. L'évolution des paramètres cruciaux comme la rigidité et l'amortissement est suivie en fonction du nombre de cycles, pour différents déplacements moyens et différents empilements. Ces essais ont pour but d'évaluer la durabilité à long terme et la résistance à l'endommagement par fatigue des composites avec et sans couche(s) viscoélastique(s).

Finalement, et dans le but de caractériser les propriétés modales, des essais dynamiques par marteau d'impact sont également réalisés. Les fonctions de réponse en fréquence (FRF), les coefficients d'amortissement modaux et les modules de Young sont déterminés et analysés pour quantifier les effets amortissants de l'ajout des couches viscoélastiques. Une attention particulière est portée sur l'influence de l'épaisseur et du nombre de ces couches sur le comportement modal.

Grâce à cette combinaison d'essais statique, de fatigue et de vibration, ce chapitre vise à fournir une compréhension détaillée et globale des modifications des propriétés mécaniques induites par l'incorporation de couches viscoélastiques au sein des composites Lin/PLA. Les résultats obtenus permettront de guider la conception optimisée des structures composites avec des propriétés d'amortissement accrues, tout en préservant des niveaux acceptables de rigidité, de résistance et de durabilité en fatigue. Ces travaux ouvrent ainsi la voie à de nouvelles applications pour ces biocomposites renforcés par des fibres végétales, notamment dans des domaines où l'atténuation des vibrations est cruciale.

### 3.2. Comportement des composites en statique

#### 3.2.1. Procédure expérimentale

Les essais de flexion trois-points (Figure 3-1) ont été effectués sur trois catégories de composite, avec et sans composants viscoélastiques (Tableau 3-1). Les dimensions des éprouvettes testées ainsi que les conditions des essais sont détaillées dans (2.4.1). La distance entre appuis a été délibérément choisie afin de maintenir un élanement ( $l/e$ ) constant entre les composites sans couche viscoélastique (C) et ceux comportant des éléments viscoélastiques ( $CVC_t$  et  $CVCVC_t$ ). Réduire la distance entre les points d'appui vise à conserver les efforts tranchants, qui sont responsables de la génération des contraintes de cisaillement, tout en diminuant les contraintes normales de flexion. Malgré cette stratégie, il reste difficile d'éliminer complètement les contraintes de cisaillement. Ainsi, l'essai de flexion trois points avec des appuis rapprochés ne permet pas d'obtenir une mesure extrêmement précise de ces contraintes hors plan.

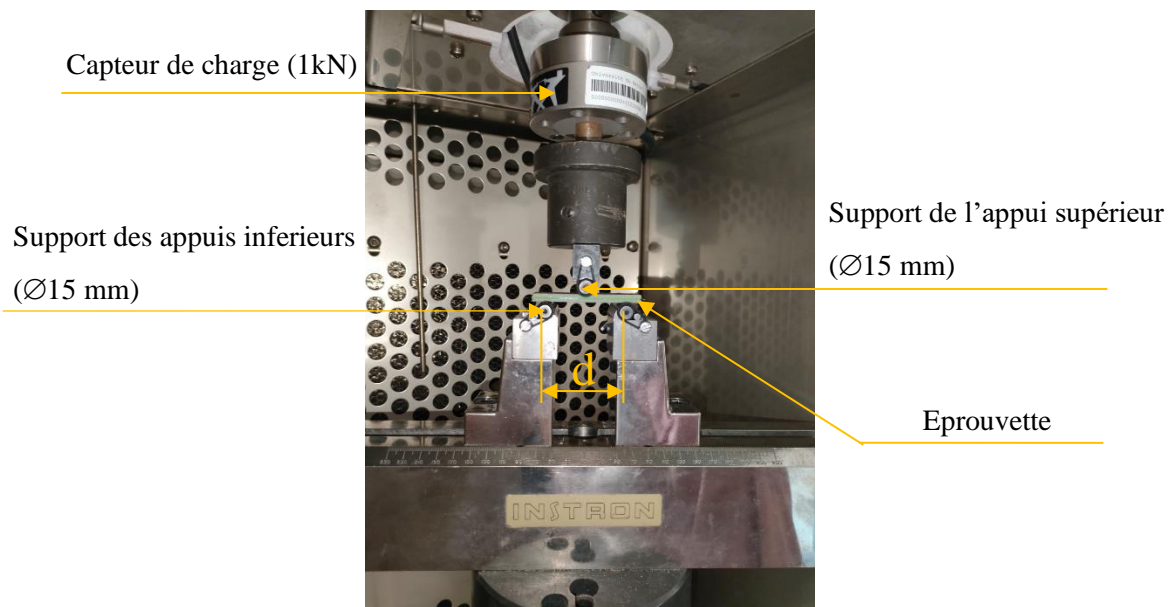


Figure 3-1: Dispositif expérimental de flexion trois points

Tableau 3-1: Dimensions des éprouvettes pour les essais de flexion

Type de Composite	Dimensions des éprouvettes	Distance entre appuis
C		
$CVC_t$	70x 25x5 [mm <sup>3</sup> ]	50 [mm]
$CVCVC_t$		



### 3.2.2. Résultats et interprétations

La Figure 3-2 montre les résultats des essais statiques de flexion 3-points sur les composites avec et sans couches viscoélastiques et pour différentes épaisseurs de couches. Il est à noter que chaque matériau a été testé 5 fois pour assurer la répétabilité des résultats. Les courbes force/déplacement de chaque matériau comportent trois zones : d'abord, la zone linéaire, suivie d'une non linéaire et enfin la dernière zone de rupture. La courbe du composite seul Lin / PLA (C) présente la rigidité et la résistance les plus élevées, avec une flèche maximale ne dépassant pas 6 mm. Parmi les composites avec une couche viscoélastique,  $CVC_1$  présente une rigidité et une flèche plus importantes que les autres composites. Les composites avec une seule couche viscoélastique sont plus rigides et présentent une plus grande déflexion que ceux avec deux couches viscoélastiques. En outre, les composites avec une ou deux couches viscoélastiques de 1 mm d'épaisseur ont des propriétés améliorées par rapport à ceux avec des couches viscoélastiques de 1,5 mm et 2 mm d'épaisseur. Enfin, le composite avec deux couches viscoélastiques de 2 mm d'épaisseur ( $CVCVC_2$ ) est le composite le moins rigide avec la flèche la plus faible.

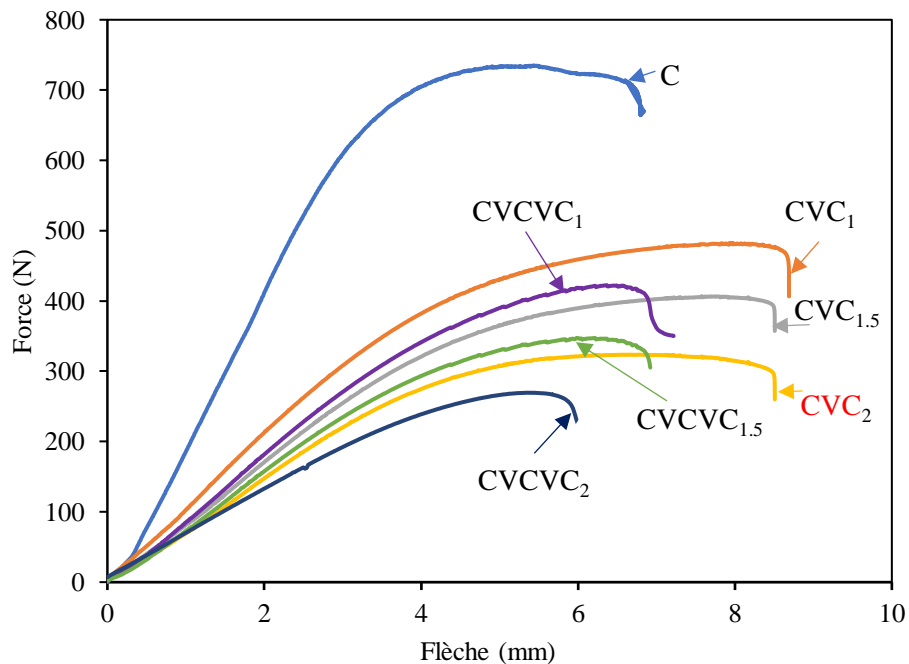


Figure 3-2: Courbes charge/flèche : effet de l'insertion de la couche viscoélastique.

En outre, les résultats de ces essais montrent que l'incorporation d'une couche viscoélastique dans le composite peut améliorer sa capacité de déformation, mais que l'ajout d'une seconde couche peut en réalité diminuer ces propriétés mécaniques. Ils montrent aussi que les composites avec une

couche viscoélastique présentent une flèche plus élevée que les composites sans couche viscoélastique. Cela s'explique par la capacité de la couche viscoélastique à absorber l'énergie et à réduire la propagation des fissures. Les différents comportements observés entre les composites avec une et deux couches viscoélastiques peuvent être attribués à des variations de la résistance à l'interface. La résistance à l'interface entre la couche viscoélastique et le composite C (Lin/PLA) peut différer de celle entre le composite C et deux couches viscoélastiques. Cette différence de comportement de l'interface peut être liée à l'interaction entre la couche viscoélastique et le composite C, qui dépend du nombre d'interfaces présentes. Une disparité de résistance à l'interface peut conduire au délaminage du composite, ce qui se traduit par une diminution de sa rigidité et de sa résistance à la flexion.

La Figure 3-3 donne la variation de la raideur ( $K$ ) des différents composites. La valeur de la raideur est calculée par le coefficient directeur de la partie linéaire charge/flèche. L'analyse de ces résultats met en évidence l'influence déterminante de l'épaisseur et du nombre de couches viscoélastiques sur les propriétés mécaniques du composite. Des couches viscoélastiques plus épaisses entraînent une diminution de la rigidité du composite. Ce phénomène s'explique par la présence d'une proportion moindre de Lin / PLA, matériau rigide, au sein du composite. La substitution d'une partie du Lin / PLA par la couche viscoélastique, plus souple, conduit inévitablement à une réduction de la rigidité globale du matériau. La qualité de l'interface entre les couches est également affectée par le nombre de couches viscoélastiques. Un composite avec deux couches viscoélastiques présente une résistance de l'interface plus faible qu'un composite avec une seule couche. Cette différence s'explique par la complexification de l'adhésion entre les couches multiples, augmentant ainsi la sensibilité aux décollements et à la propagation des fissures.

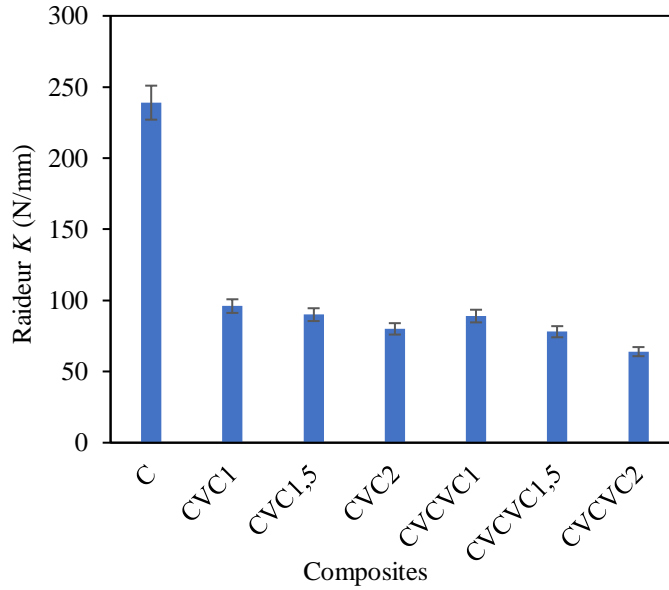


Figure 3-3: Effet de l'épaisseur et de l'empilement des couches sur la raideur.

La contrainte maximale en flexion  $\sigma_{max}$  des poutres composites est donnée par l'équation (3.1) [136].

$$\sigma_{max} = \frac{Fd}{4bt_f(t_f + t_c)} \quad (3.1)$$

Où  $t_f$  et  $t_c$  sont respectivement l'épaisseur de la couche externe et de la couche interne, et  $b$  est la largeur de la poutre. La distance entre les appuis  $d$  est égale à 50 mm.  $F$  présente la charge maximale dans les essais. En outre, la contrainte maximale en cisaillement  $\tau_{max}$  de la couche viscoélastique est calculée par l'équation (3.2) [136].

$$\tau_{max} = \frac{F}{2b(t_f + t_c)} \quad (3.2)$$

La Figure 3-4 illustre les histogrammes de la contrainte maximale de flexion et de la contrainte maximale de cisaillement des composites. Le composite C présente la contrainte  $\sigma_{max}$  la plus élevée, ce qui est attendu puisque les fibres de lin constituent un bon renfort et augmentent la résistance à la traction. L'ajout d'une seule couche viscoélastique de 1 mm (CVC<sub>1</sub>) entraîne une réduction de quatre fois par rapport à celle du composite C. Cela suggère que la couche viscoélastique compromet excessivement la résistance. L'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique à 1,5 mm et 2 mm (CVC<sub>1,5</sub> et CVC<sub>2</sub>) réduit progressivement la contrainte maximale  $\sigma_{max}$ .

La couche viscoélastique plus épaisse entrave probablement le transfert de contraintes entre les constituants plus/moins rigides. Les composites avec deux couches viscoélastiques (CVCVC<sub>1</sub>) présentent les valeurs de  $\sigma_{\max}$  les plus faibles. La présence de deux couches viscoélastiques interrompt davantage le transfert de contraintes par rapport à l'empilement avec une seule couche. La réduction de  $\sigma_{\max}$  et de  $\tau_{\max}$  avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique suit des tendances observées dans des études précédentes sur les composites [137,138]. Des couches intercalaires plus épaisses permettent une plus grande dissipation de l'énergie grâce à un meilleur amortissement et à une meilleure absorption des vibrations. Cependant, au-delà d'une épaisseur critique, la discontinuité entre les constituants rigides augmente, perturbant le transfert de contraintes entre les fibres à haut module et la matrice. Cela entraîne une diminution des propriétés mécaniques, comme le montre la Figure 3-4 et donc la diminution de  $\sigma_{\max}$  et de  $\tau_{\max}$  avec l'augmentation de l'épaisseur des couches viscoélastiques. L'empilement de deux couches viscoélastiques crée une discontinuité excessive, réduisant les résistances à la traction et au cisaillement par rapport à une seule couche.

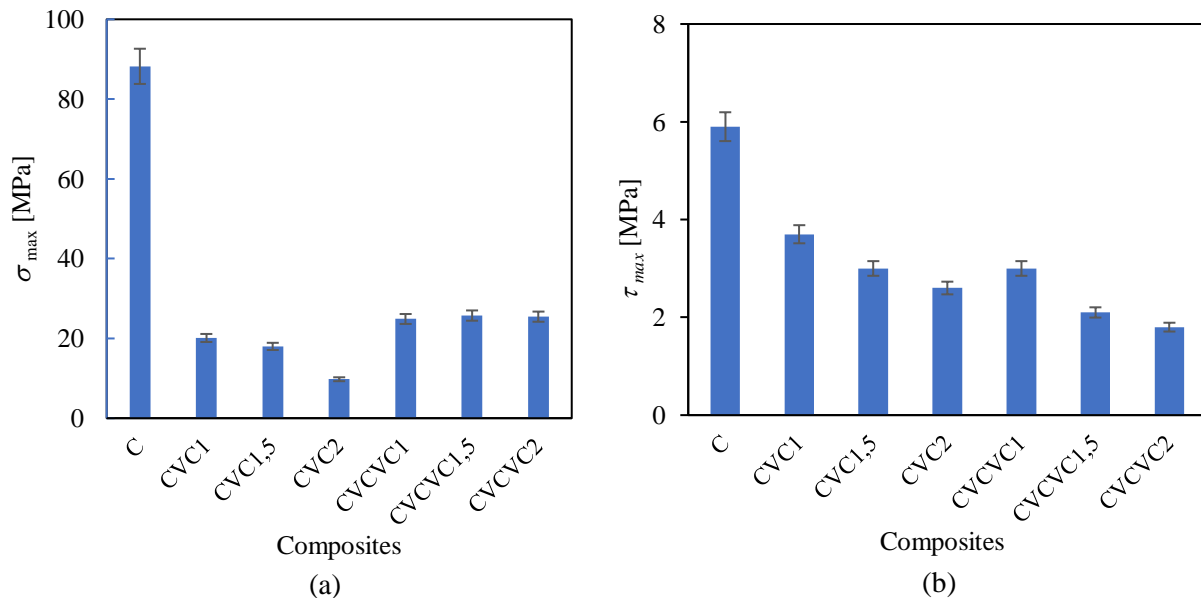


Figure 3-4: Effet des empilements et des épaisseurs de couches viscoélastiques sur : a) la contrainte maximale de flexion  $\sigma_{\max}$  et b) la contrainte maximale de cisaillement  $\tau_{\max}$ .

### 3.3. Comportement des composites en fatigue

Les structures composites sont souvent soumises à des conditions de chargement répétitives et variables, telles que les vibrations ou les sollicitations cycliques. Ces conditions de chargement

peuvent avoir un impact significatif sur les propriétés mécaniques et la durée de vie des structures composites. C'est pourquoi, il est important de comprendre les effets des différents paramètres géométriques, matériaux et de chargement cyclique sur le comportement mécanique des structures composites.

### **3.3.1. Fatigue jusqu'à rupture**

#### **3.3.1.1. Procédure d'essai**

Les essais de flexion en fatigue ont été réalisés conformément à la norme ASTM D790-86 avec déplacement imposé. Le signal utilisé est de type sinusoïdal avec une fréquence de 5 Hz. Le déplacement moyen a été maintenu constant à 2 mm, avec une amplitude imposée de 0,5 mm. Pour chaque type de composite, trois éprouvettes au moins ont été testées en de fatigue jusqu'à la rupture. La distance entre appuis ainsi que les dimensions des éprouvettes sont les mêmes que celles choisies en statiques.

#### **3.3.1.2. Comportement en fatigue**

L'évolution de la rigidité dans ces conditions de charge cyclique est enregistrée en fonction du nombre de cycles. Cette méthode est fréquemment utilisée pour examiner la propagation des dommages induits par la fatigue. La Figure 3-5 illustre l'évolution de la charge maximale appliquée ( $F_{\max}$ ), normalisée par la charge maximale initiale ( $F_{0\max}$ ), en fonction du nombre de cycles. L'analyse de ce rapport ( $F_{\max}/F_{0\max}$ ) sert d'indice de rigidité et est effectuée, dans notre cas, avec un rapport de charge  $R_d = 0.6$ . Les résultats sont présentés aussi sur une échelle semi-logarithmique pour mieux visualiser les variations au cours de la fatigue. Les résultats des essais révèlent que la perte de rigidité jusqu'à la rupture se déroule en trois phases. La première phase implique une réduction rapide de la rigidité au cours des premiers cycles, indiquant la dégradation primaire des propriétés mécaniques de la structure composite. Cette phase marque le début de l'apparition de dommages et de la propagation des fissures dans les éprouvettes. La deuxième phase est caractérisée par une réduction très lente de la rigidité, qui représente la quasi-totalité de la durée de vie des éprouvettes. La troisième et la dernière phase est marquée par une réduction soudaine de la rigidité entraînant la rupture du composite.

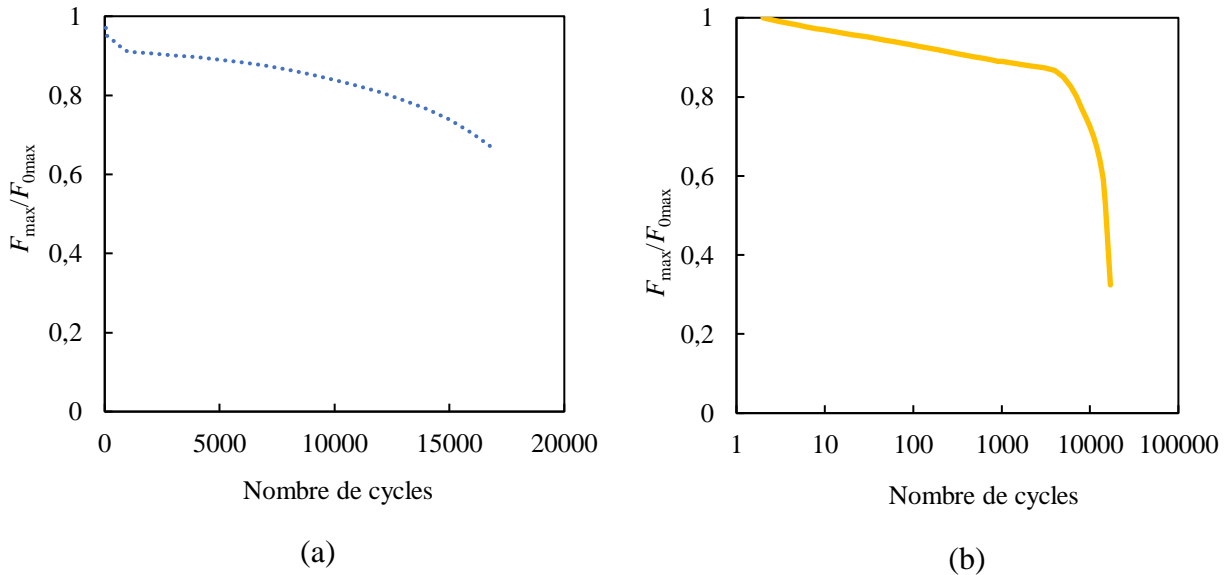


Figure 3-5: Evolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles: a) échelle linéaire et b) échelle semi-logarithmique.

La Figure 3-6 illustre les résultats de fatigue de différents composites, en représentant l'évolution de la force maximale normalisée ( $F_{\max}/F_{0\max}$ ) en fonction du nombre de cycles sur une échelle semi-logarithmique. L'utilisation de cette échelle pour le nombre de cycles permet de visualiser le comportement sur une large plage de durées, mettant en évidence les différentes phases de la dégradation. Toutes les courbes montrent une diminution progressive de  $F_{\max}/F_{0\max}$  en fonction du nombre de cycles, ce qui indique une perte de rigidité due à la fatigue. Cette perte de rigidité est typique des matériaux soumis à des charges cycliques. Cette baisse est due à l'accumulation de micro-dommages dans le matériau composite au fil des cycles de charge. Ces dommages peuvent inclure des microfissures dans la matrice, des décohésions fibres-matrice, ou des ruptures de fibres localisées. À chaque cycle, ces dommages s'accumulent, réduisant progressivement la rigidité globale du composite.

On observe que l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique tend à retarder la diminution de  $F_{\max}/F_{0\max}$ , indiquant une meilleure performance en fatigue initialement, mais une diminution plus rapide à long terme. Les composites CVCVC<sub>1</sub>, CVCVC<sub>1,5</sub> et CVCVC<sub>2</sub> montrent une diminution plus rapide de  $F_{\max}/F_{0\max}$  par rapport aux composites avec une seule couche (CVC<sub>i</sub>), indiquant une moindre résistance à la fatigue. Cette diminution pour ces composites peut s'expliquer par : Deux interfaces supplémentaires entre les couches, qui sont des zones de concentration de contraintes et donc de dommages potentiels. Une possible synergie négative entre

les couches rigides et viscoélastiques, où les déformations différentielles entre ces couches peuvent accélérer la fatigue

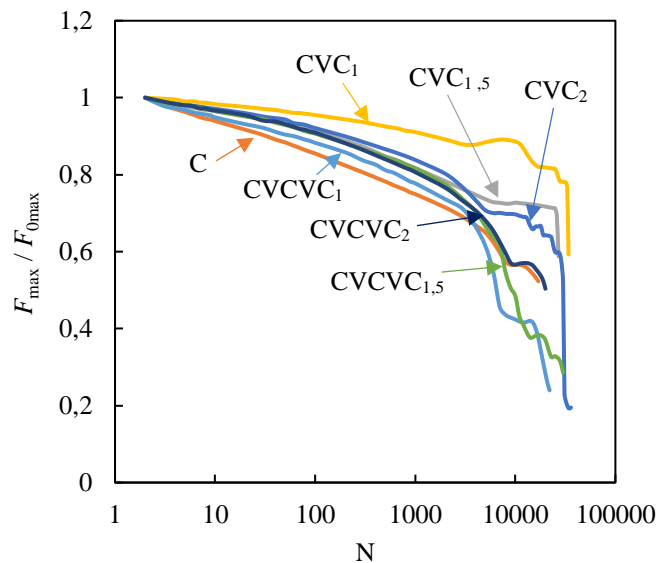


Figure 3-6: Evolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles des différents composites.

### 3.3.1.3. Durée de vie

Pour déterminer les performances des matériaux en fatigue, différents critères de la durée de vie ( $N_s$ ,  $N_5$ ,  $N_{10}$  et  $N_R$ ) sont considérés dans la littérature à partir des courbes donnant l'évolution de la charge en fonction du nombre de cycles. Le critère le plus sévère est celui qui caractérise le matériau par la valeur  $N_s$  qui correspond au nombre de cycles à la fin du domaine linéaire. Les critères  $N_5$ ,  $N_{10}$ , et  $N_{20}$  correspondent respectivement à des chutes de 5%, 10% et 20% de la rigidité par rapport à sa valeur initiale. Le critère  $N_R$  correspond au nombre de cycles nécessaire à la rupture complète de l'éprouvette lorsqu'elle est atteinte. Le plus souvent, il est impossible d'obtenir la rupture lors des essais de fatigue du matériau composite, notamment lorsque les essais sont conduits en déplacement imposé, qui est notre cas. Pour pouvoir comparer les performances des matériaux de cette étude, dans les mêmes conditions d'essais, nous avons opté pour trois critères de durée de vie  $N_5$ ,  $N_{10}$ , et  $N_{20}$ . Au-delà de 20% trop de mécanismes entrent en jeu et leurs descriptions deviennent plus difficiles. L'interprétation des données de ces essais de fatigue, illustrée dans la Figure 3-7, dévoile des renseignements cruciaux concernant la performance de divers composites en relation avec leurs durées de vie.

Il est remarquable que le nombre de cycles requis pour parvenir à une réduction de 5% fluctue grandement entre les composites. Le composite CVCVC<sub>1</sub> se distingue par sa faible durée de vie,

n'ayant besoin que de 25 cycles pour atteindre ce seuil, tandis que le composite CVC<sub>2</sub> démontre la meilleure résistance avec 140 cycles. En ce qui concerne la durée de vie  $N_{10}$ , le composite CVCVC<sub>1</sub> demeure le plus vulnérable avec 230 cycles pour cette durée de vie, alors que le composite CVC<sub>1,5</sub> devient le plus résistant avec 1770 cycles. Pour la durée de  $N_{20}$ , le composite CVC<sub>1</sub> se démarque par sa performance exceptionnelle, nécessitant 29200 cycles pour atteindre ce seuil, tandis que le composite CVCVC<sub>1</sub> affiche la plus faible durée de vie avec seulement 2800 cycles. Une tendance générale se dégage, pour les mêmes épaisseurs de couches viscoélastiques, les composites avec une seule couche semblent avoir une durée de vie plus élevée que celle des composites avec deux couches viscoélastiques.

L'analyse globale des résultats obtenus, montre une grande dispersion de la durée de vie. Il faut savoir que les essais de fatigue se caractérisent par une dispersion des valeurs de la durée de vie dépendant de plusieurs paramètres tels que la nature des constituants, de la masse volumique et des épaisseurs, etc. D'une manière générale, cette dispersion est principalement liée à la nature hétérogène des composites. En outre, les éprouvettes n'ont pas toujours des caractéristiques comparables : fraction volumique, distribution des défauts, résistance à la rupture en statique, etc. La rupture en fatigue dépend d'une série de processus aléatoires dont la conjugaison se traduit par une dispersion dans les résultats de la durée de vie entre les éprouvettes soumises à un même niveau de chargement et sollicitées dans les mêmes conditions.

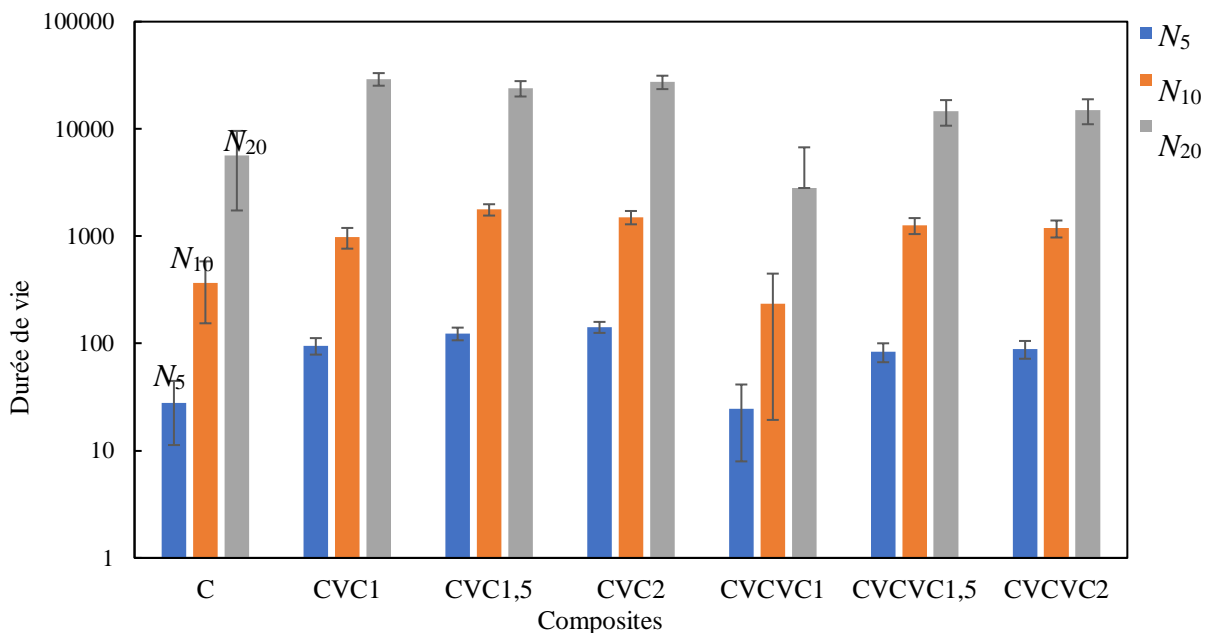


Figure 3-7:Durée de vie en fatigue des différents composites.



### 3.3.2. Fatigue cyclique par palier

#### 3.3.2.1. Procédure d'essai

Comprendre l'influence du niveau de chargement en de fatigue sur la dégradation des composites est un élément clé de l'optimisation de la performance et de la longévité de ces matériaux. Tant pour les composites que pour les sandwichs, il est généralement admis que le niveau de chargement influe le mécanisme de rupture lors des essais de fatigue.

Du point de vue intégrité structurelle, l'influence du niveau et du rapport de chargement a une importance particulière pour évaluer les performances des structures composites intégrant une couche viscoélastique. La présente étude se focalise spécifiquement sur l'identification des effets du niveau et du rapport de chargement dans les composites au cours de la fatigue.

Plusieurs tests par palier (2.7.2) ont été conduits pour examiner les effets de la fatigue à différents déplacements moyens sur les biocomposites avec et sans l'insertion d'une couche viscoélastique. Les éprouvettes utilisées dans cette étude présentent des dimensions de  $70 \times 25 \times 5$  mm<sup>3</sup>. Le déplacement appliqué est de type sinusoïdal avec une fréquence de 5 Hz, avec un déplacement moyen  $d_m$  et une amplitude  $d_a$  donnés dans le Tableau 3-2. Ces valeurs ont été sélectionnées de manière à s'assurer que l'hystérésis de la courbe charge/déplacement suit les mêmes étapes pour tous les composites.

Tableau 3-2: Paramètres expérimentaux des différents essais de fatigue

Déplacement moyen $d_m$	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5	5,5	6
Amplitude $d_a$	0.5											
Rapport de chargement $R_d$	0	0,33	0,50	0,60	0,67	0,71	0,75	0,78	0,80	0,82	0,83	0,85
Niveau de chargement $r$	0,17	0,25	0,33	0,42	0,50	0,58	0,67	0,75	0,83	0,92	1,00	-

#### 3.3.2.2. Résultats et interprétations

L'analyse de la Figure 3-8 qui présente la raideur des composites pour divers déplacements moyens (de 0,5 à 6 mm) et différents empilements de couches viscoélastiques met en évidence plusieurs tendances significatives. Tout d'abord, il est clair que la raideur diminue à mesure que le déplacement moyen ( $d_m$ ) augmente pour tous les composites. Cette diminution est attribuable à l'endommagement progressif du matériau sous l'effet des charges cycliques, ce qui indique un comportement mécanique plus souple du matériau soumis à des contraintes plus élevées. Par

ailleurs, les composites avec des couches viscoélastiques présentent une raideur moindre que le composite C. Cette différence s'explique par le comportement viscoélastique du matériau, qui se traduit par la rigidité faible de TPU et l'effet des charges cycliques. De plus, l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique ( $CVC_1$ ,  $CVC_{1.5}$  et  $CVC_2$ ) entraîne une diminution supplémentaire de la raideur, ce qui est attendue étant donné que l'augmentation de l'épaisseur accentue la capacité de dissipation d'énergie du matériau. En outre, les composites avec deux couches viscoélastiques intercalées présentent une raideur encore plus importante que ceux avec une seule couche viscoélastique, en raison de plusieurs facteurs. D'abord, les deux couches viscoélastiques interagissent entre elles, se partageant les contraintes et dissipant l'énergie de manière complémentaire. Cette synergie entre les couches amplifie l'effet d'amortissement et contribue à la rigidité globale du composite. De plus, la nature viscoélastique des couches permet une certaine redistribution des contraintes au cours du temps, ce qui peut améliorer la résistance à la fatigue du composite. Dans l'interprétation de ces résultats, il est crucial de reconnaître que la diminution de la raideur avec l'augmentation du  $d_m$  reflète un certain niveau d'endommagement du matériau, soulignant l'importance de déterminer le  $d_m$  maximal tolérable pour éviter un endommagement excessif. De plus, le compromis entre la raideur et la résistance à la fatigue doit être pris en compte dans le choix de l'épaisseur de la couche viscoélastique.

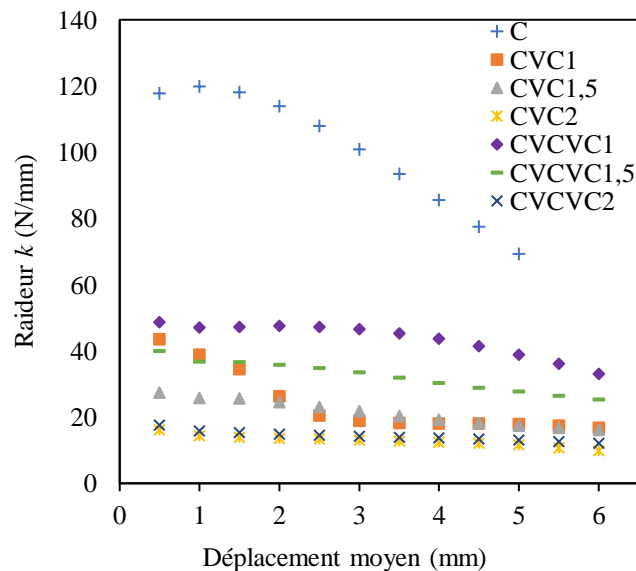


Figure 3-8 : Évolution de la raideur en fonction du niveau de chargement.

Chaque composite a fait l'objet d'une analyse des caractéristiques énergétiques au cours des essais de fatigue, en examinant l'évolution des courbes d'hystérésis. Les cycles d'hystérésis sont dérivés des données expérimentales relatives à la charge et au déplacement en fonction du temps.

La Figure 3-9 illustre ces cycles pour différents nombres de cycles et d'étapes de fatigue. Afin de clarifier les figures, les courbes sont déplacées le long de l'axe du déplacement. Il est à noter que l'évolution des cycles d'hystérésis reste similaire pour tous les composites dans les conditions de l'essai, qu'ils incluent ou non des couches viscoélastiques.

L'évolution des cycles d'hystérésis dépend du déplacement moyen ( $d_m$ ) et du nombre de cycles appliqués. La surface des cycles d'hystérésis augmente avec l'augmentation du niveau de chargement, indiquant une plus grande dissipation d'énergie par cycle à des charges plus élevées. En revanche, pour un même niveau de chargement, la surface des cycles d'hystérésis diminue avec l'augmentation du nombre de cycles, ce qui reflète une perte progressive de la rigidité du matériau au fil du temps.

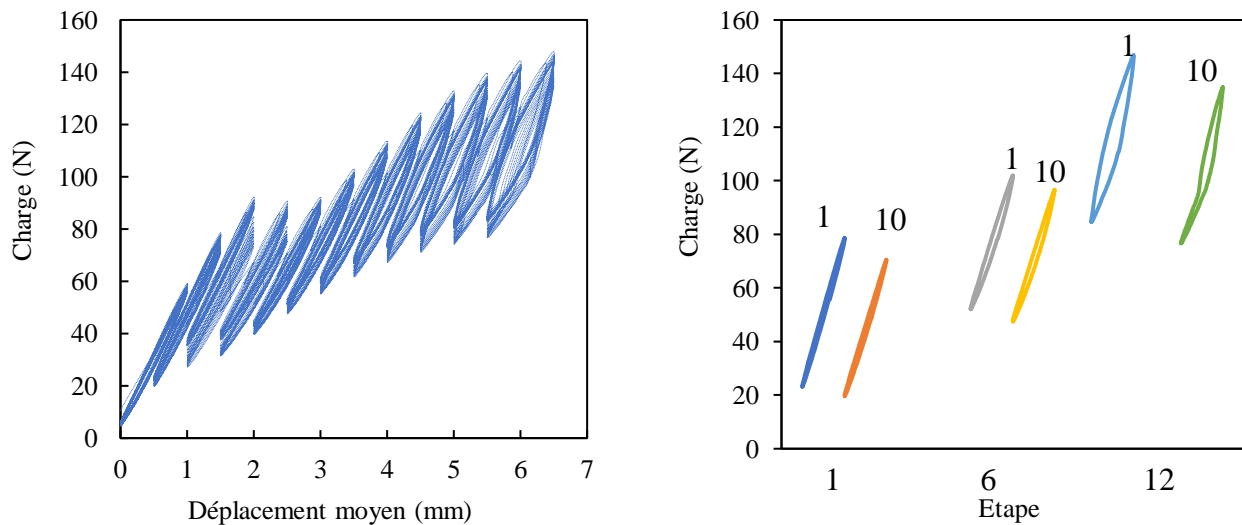


Figure 3-9: Evolution des cycles d'hystérésis à différents déplacements moyens.

Si l'on considère le cycle présenté sur la Figure 3-9, il est possible de séparer l'enveloppe du cycle en deux parties : une phase de charge, pendant laquelle l'effort  $F$  et le déplacement  $d$  augmentent, et une phase de décharge pendant laquelle ces deux grandeurs diminuent. Ainsi l'énergie apportée au système, c'est à dire l'énergie potentielle maximale  $E_p$ , est représentée par la surface totale sous la courbe de chargement. De plus, l'aire sous la courbe de décharge, correspond à l'énergie restituée  $E_r$ . La différence entre ces deux énergies, représentée par l'aire à l'intérieur du cycle, correspond à l'énergie dissipée  $E_d$  par le matériau. D'autre part, le coefficient d'amortissement en

fatigue  $\eta_f$  définit comme le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie potentielle est calculé pour chaque cycle et pour tous les niveaux de chargement[139].

La Figure 3-10 présente l'influence de l'ajout des couches viscoélastiques et de l'épaisseur sur le coefficient d'amortissement  $\eta_f$  des composites.

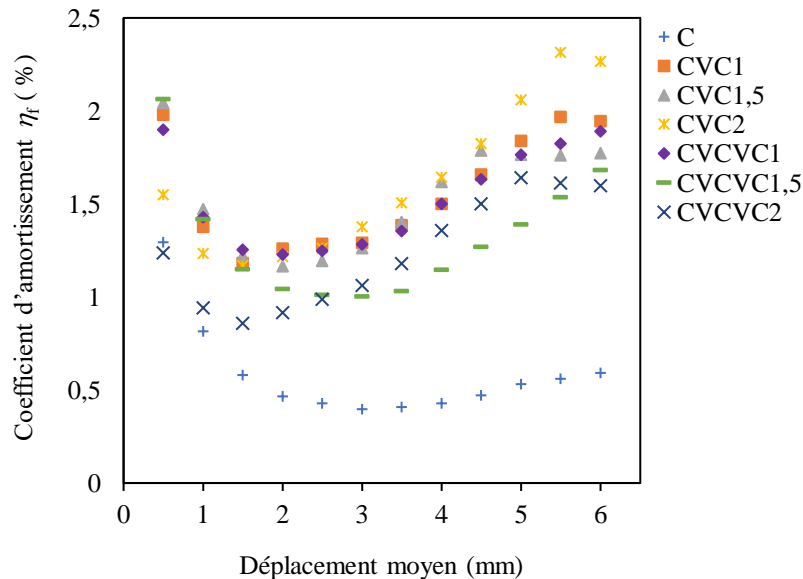


Figure 3-10 : Évolution du facteur d'amortissement en fonction du niveau de chargement

Tout d'abord, les composites  $CVC_1$ ,  $CVC_{1,5}$  et  $CVC_2$ , dotés d'une seule couche viscoélastique, affichent le coefficient d'amortissement le plus élevé et pour tous les niveaux de chargement. En particulier, le composite  $CVC_2$  présente le plus haut niveau d'amortissement parmi les empilements à une seule couche. Ensuite, les composites  $CVCVC_1$ ,  $CVCVC_{1,5}$  et  $CVCVC_2$ , dotés de deux couches viscoélastiques, affichent un amortissement légèrement inférieur à celui des composites avec une seule couche viscoélastique.

En ce qui concerne l'effet de l'épaisseur de la couche viscoélastique, l'analyse révèle une augmentation de coefficient d'amortissement lorsque l'épaisseur de la couche augmente. Cette augmentation est plus marquée pour les faibles niveaux de chargement. Le composite C sans couche viscoélastique possède le coefficient d'amortissement le plus faible quel que soit le niveau de chargement. Ces résultats s'expliquent par la capacité du matériau viscoélastique à dissiper l'énergie vibratoire (à faible fréquence), en convertissant ainsi cette énergie en chaleur. L'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique a tendance à augmenter la quantité d'énergie dissipée, ce qui se traduit par un amortissement plus élevé. En effet, pour un déplacement

moyen de 5.5 mm, il a été constaté une augmentation de l'amortissement d'environ 20% entre les composites  $CVC_1$  et  $CVC_2$ . Alors que l'insertion d'une deuxième couche viscoélastique a entraîné la diminution de l'amortissement de 10% lorsqu'on compare les composites  $CVC_1$  et  $CVCVC_1$ .

### **3.4. Comportement des composites en vibration**

#### **3.4.1. Fonction de réponse en fréquence (FRF)**

Les essais de vibration sont menés en flexion sur des éprouvettes en composite avec et sans couche viscoélastique en configuration encastree/libre. L'analyse modale est effectuée avec excitation par impact qui est assez simple à mettre en œuvre. L'éprouvette est excitée en un point proche de l'encastrement à l'aide d'un marteau d'impact et la réponse est détectée en un autre point proche de l'extrémité libre à l'aide d'un vibromètre laser (2.8). La Figure 3-11 illustre l'évolution de l'amplitude de la fonction de réponse en fréquence (FRF) en fonction de la fréquence dans la plage (0-2000 Hz). Ces résultats montrent que l'ajout d'une couche viscoélastique a tendance à diminuer l'amplitude des vibrations. A titre d'exemple, pour le premier mode, l'amplitude est réduite d'environ 46 % entre le composite C et le composite  $CVC_1$  (Figure 3-11-a) et de 36 % par rapport au composite  $CVCVC_1$  (Figure 3-11-b). Pour le même mode, nous observons un décalage des pics vers les basses fréquences des composites contenant des couches viscoélastiques. Ce décalage augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique. Le décalage des pics et la diminution de l'amplitude de résonance peuvent être attribués à plusieurs facteurs. En effet, l'ajout d'une la couche viscoélastique peut entraîner une augmentation de la masse et une diminution de la rigidité globale du système. Ces paramètres ont pour conséquence une diminution des fréquences de résonance. En outre, l'insertion d'une couche viscoélastique augmente l'amortissement du matériau. Un amortissement plus élevé peut diminuer l'amplitude des pics, décaler les fréquences vers des valeurs plus faibles et à élargir les pics de résonance.

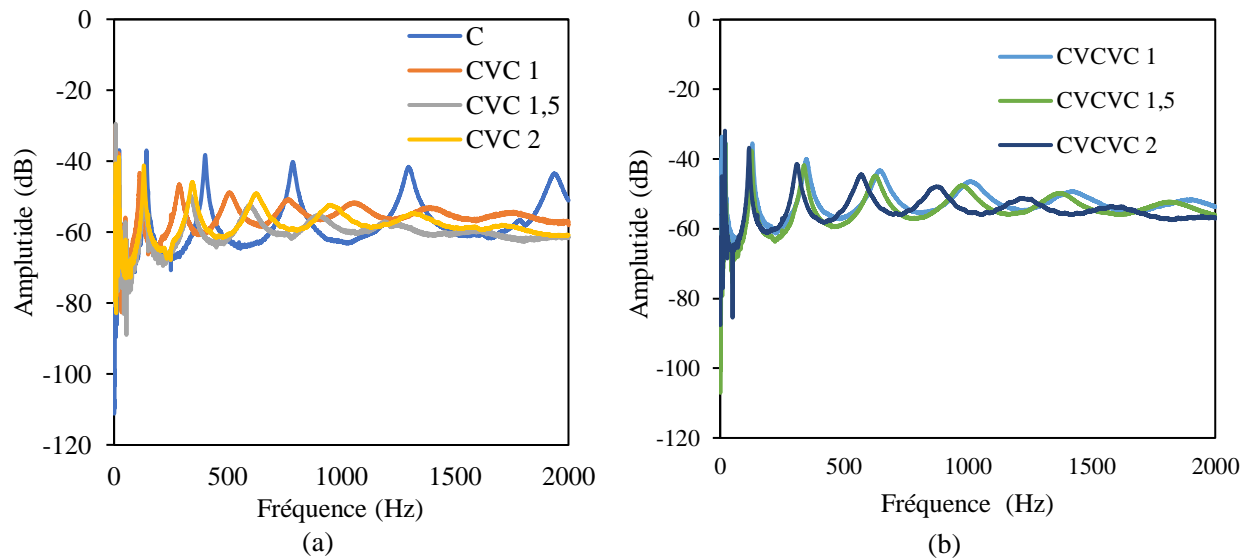


Figure 3-11: FRF expérimentales : a) effet de l'insertion d'une couche viscoélastique et b) composites avec deux couches viscoélastiques.

### 3.4.2. Facteur de perte

La méthode de la bande passante à -3 dB (éq. 2.6) a été employée pour calculer le coefficient d'amortissement modal (ou facteur de perte  $\eta_i$ ) associé à chaque mode  $i$  de fréquence de résonance  $f_i$ . La Figure 3-12 montre l'évolution du facteur de perte ( $\eta$ ) en fonction de la fréquence de vibration pour chaque composite étudié. D'une manière générale, le facteur de perte augmente avec la fréquence quel que soit le composite. Cette augmentation est beaucoup plus faible dans le cas du composite sans couche viscoélastique (C). L'influence de la séquence d'empilement est illustrée dans la Figure 3-12.a. Les résultats de cette figure révèlent que, pour la même épaisseur de la couche viscoélastique (ici 1mm), le facteur de perte est moins élevé lorsque les couches viscoélastiques sont séparées par un composite (CVCVC<sub>1</sub> et CVC<sub>1</sub>). L'influence de l'épaisseur de la couche est donnée sur la Figure 3-12.b. Cette figure donne l'évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence pour des épaisseurs de couches viscoélastiques allant de 0 à 2 mm. Le facteur de perte du composite seul (C) varie très peu avec la fréquence, sa valeur est de l'ordre 2.6%. Dans le cas des composites avec couches viscoélastiques, la variation du facteur de perte est beaucoup plus élevée. A faibles fréquences sa valeur est de l'ordre de 4% alors qu'elle atteint la valeur 20% pour une fréquence 2kHz. Il semble que l'épaisseur (ici 1, 1.5, 2 mm) influe très peu sur les valeurs du facteur de perte.

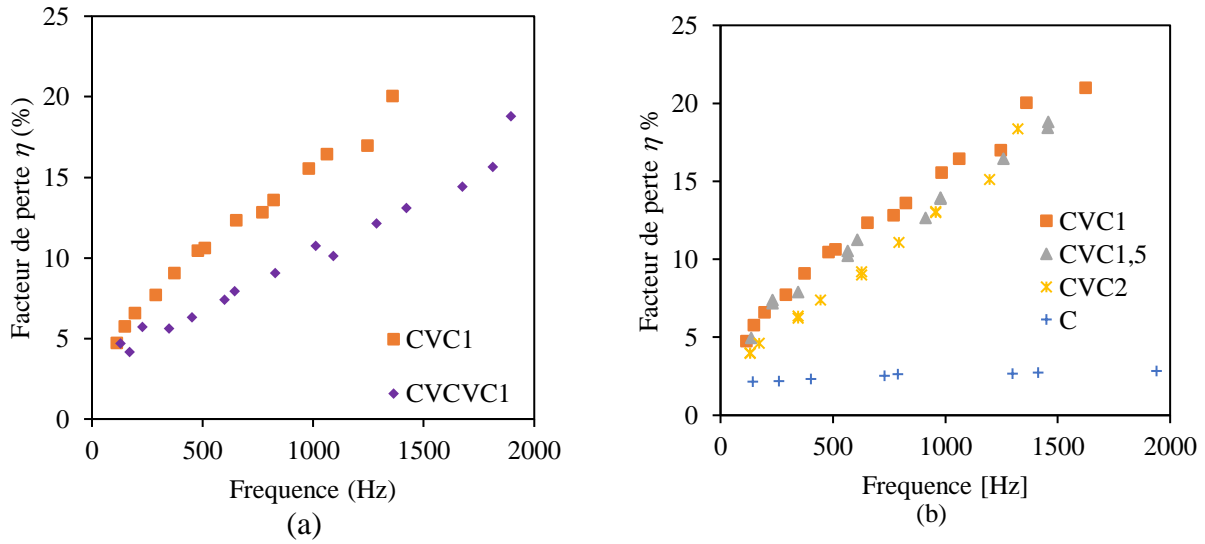


Figure 3-12 :Evolution du facteur de perte ( $\eta$ ) en fonction de la fréquence : a) influence de la séquence d'empilement et b) influence de l'épaisseur de la couche viscoélastique.

### 3.4.3. Module de Young

Pour chaque pic de résonance, le module de Young est déterminé à partir de la fréquence de résonance  $f_i$  du mode  $i$  par l'équation (3.3) [140]:

$$E = 12\rho \frac{L^2 f_i^2}{e^2 C_i^2} \quad (3.3)$$

avec  $\rho$  la densité,  $L$  la longueur des poutres,  $f_i$  la fréquence de résonance moyenne du nième mode de flexion,  $e$  l'épaisseur des poutres et  $C_i$  une constante dépendant des conditions aux limites pour le nième mode de flexion, avec  $C_1=0,55959$ ,  $C_2=3,5069$ ,  $C_3=9,8194$  et  $C_i=(\pi/2)(i-0.5)^2$  pour  $i>3$ . L'évolution du module d'Young en fonction de la fréquence pour les différents matériaux est présentée dans la Figure 3-13. Il ressort de cette figure que, le module de Young diminue lorsque la fréquence augmente pour l'ensemble des matériaux. Cette diminution est beaucoup plus marquée avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique. Pour une épaisseur de couche viscoélastique donnée, la réduction du module de Young est moins élevée lorsque les couches viscoélastiques sont séparées par un composite C (Figure 3-13-a). La présence d'une couche de Lin / PLA entre deux couches viscoélastiques séparées de TPU constitue un renfort important pour le composite. D'autre part, l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique (CVC<sub>2</sub> et CVC<sub>1</sub>) entraîne l'affaiblissement de la rigidité du composite comme le montre la figure

(Figure 3-13-b). Ces résultats sont attribués au nombre d'interfaces et de discontinuités de constituant dans les composites.

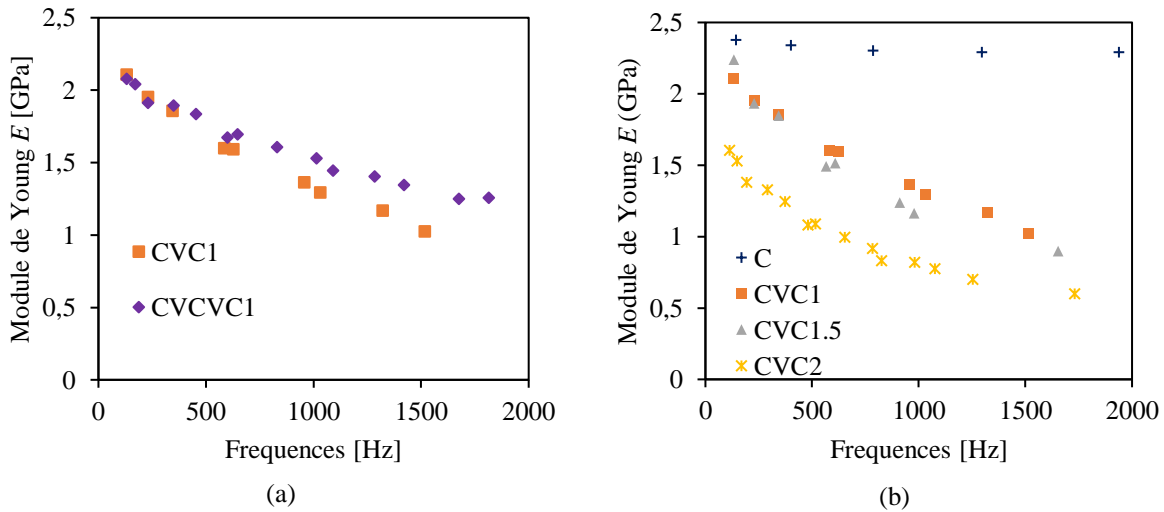


Figure 3-13 : Evolution du module de Young (E) en fonction de la fréquence : a) influence de la séquence d'empilement et b) influence de l'épaisseur de la couche viscoélastique

#### 3.4.4. Discussions

Les résultats de cette analyse fournissent des informations importantes sur l'impact de l'ajout de couches viscoélastiques sur les propriétés d'amortissement et de rigidité des composites. Tout d'abord, en ce qui concerne l'amortissement, il est clair que l'incorporation d'une seule couche viscoélastique conduit à un niveau d'amortissement plus élevé par rapport aux composites sans cette couche, quelle que soit l'épaisseur de cette couche. De plus, il est intéressant de noter que les composites avec une seule couche viscoélastique présentent un meilleur amortissement que ceux avec deux couches viscoélastiques, en particulier pour une épaisseur de 1 mm. Ces observations montrent que la continuité de la couche viscoélastique est essentielle pour une absorption efficace de l'énergie vibratoire. En ce qui concerne la rigidité, l'insertion de la couche viscoélastique conduit à une diminution générale du module de Young en fonction de la fréquence. L'empilement optimal en termes d'amortissement semble être le composite CVC<sub>1</sub> (avec une seule couche viscoélastique de 1 mm d'épaisseur) qui offre un équilibre optimal entre amortissement et rigidité. Enfin, ces résultats soulignent l'importance de la conception des stratifiés pour optimiser leurs performances en termes d'amortissement et de rigidité, en tenant compte des facteurs, tels que la stratification des couches viscoélastiques, la continuité de la couche viscoélastique et le nombre d'interfaces.



Pour une illustration plus détaillée, la Figure 3-14 montre les histogrammes du facteur de perte pour les quatre premiers modes de vibration. Pour le premier mode de vibration, l'ajout d'une seule couche viscoélastique, qu'elle soit de 1 mm ( $CVC_1$ ) ou de 1,5 mm ( $CVC_{1,5}$ ), augmente considérablement l'amortissement. Le facteur  $\eta$  passe de 2,16 % pour le composite C à 4,7 % pour le composite avec une couche viscoélastique de 1 mm et à 6 % avec une couche de 1,5 mm d'épaisseur. L'intégration de deux couches viscoélastiques ( $CVCVC_1$ ) montre des résultats variables : un empilement avec une couche de 1 mm et une autre de 1,5 mm ( $CVCVC_1$ ) atteint 3,97 %, tandis qu'un empilement avec deux couches de 1 mm ( $CVCVC_2$ ) atteint 3 %. Cela indique que l'épaisseur et le nombre de couches influencent l'amortissement du composite, une épaisseur plus élevée augmentant l'efficacité d'amortissement.

Pour le deuxième mode de vibration, le matériau de base présente un coefficient d'amortissement de l'ordre de 2,3 %. L'ajout d'une couche de 1 mm ( $CVC_1$ ) diminue ce facteur  $\eta$  à 1,9 %, et une couche de 2 mm ( $CVC_2$ ) le diminue davantage à 1,3 %. Aussi, l'ajout de deux couches viscoélastiques diminue l'efficacité d'amortissement par rapport à une seule couche, avec  $\eta$  de 1,8 % pour  $CVC_1$  et une diminution à 1,5 % avec une épaisseur totale de 2 mm pour  $CVCVC_1$ .

Pour le troisième et le quatrième mode de vibration, l'ajout d'une couche viscoélastique de 1 mm augmente significativement le facteur de perte, atteignant respectivement 9,6 % et 10,8 %. Une augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique à 1,5 mm entraîne une nouvelle augmentation du  $\eta$  à 10,1 % et 10,9 % pour le troisième et quatrième mode de vibration, respectivement.

Cette tendance indique que des couches plus épaisses améliorent continuellement l'amortissement. Toutefois, l'ajout d'une deuxième couche viscoélastique ( $CVCVC_1$ ) diminue le facteur de perte. Cette réduction peut être due à la complexité des interactions entre les deux couches viscoélastiques.

Les résultats des essais montrent que l'intégration de couches viscoélastiques est une méthode efficace pour améliorer l'amortissement des composites Lin/PLA pour tous les modes de vibration. L'épaisseur de la couche viscoélastique a un impact significatif sur  $\eta$ , une couche plus épaisse dissipe plus d'énergie et entraîne un facteur de perte plus élevé. L'ajout d'une deuxième couche viscoélastique peut également améliorer l'amortissement, mais l'effet est plus complexe et dépend de l'épaisseur des deux couches. Dans certains cas, l'ajout d'une deuxième couche viscoélastique peut réduire le facteur de perte. Dans le cas sans couches fonctionnelles, le matériau de base dissipe

l'énergie de manière uniforme selon ses propriétés intrinsèques. Cependant, l'ajout de couches viscoélastiques modifie la rigidité globale et la localisation des déformations, réduisant l'efficacité d'amortissement dans certains modes, particulièrement ceux impliquant des déformations plus complexes, comme le deuxième mode. Cette réduction est une caractéristique propre aux systèmes multicouches en raison des effets de couplage mécanique et de répartition des déformations.

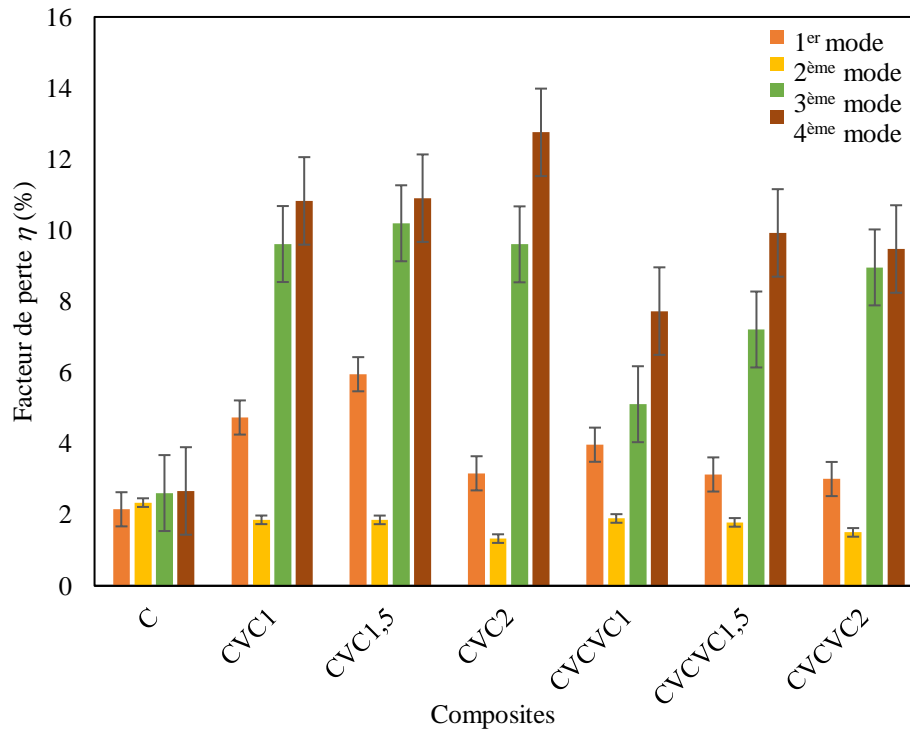


Figure 3-14: Evolution du facteur de perte des différents composites

De la même manière, la Figure 3-15 donne les histogrammes de module de Young pour les quatre premiers modes de vibration. Dans le premier mode de vibration, l'incorporation de couches viscoélastiques dans les composites Lin/PLA conduit à une diminution du module de Young. Une couche plus épaisse dissipe davantage d'énergie, ce qui se traduit par un module de Young moins important. Par exemple, l'introduction d'une couche viscoélastique de 1 mm diminue le module de Young de 2,4 GPa à 2,2 GPa. En augmentant l'épaisseur de cette couche à 1,5 mm, le module de Young atteint 2,1 GPa. L'ajout d'une seconde couche viscoélastique entraîne une réduction supplémentaire du module de Young à 1,56 GPa.

En ce qui concerne le deuxième mode de vibration, l'intégration de couches viscoélastiques a également pour effet de réduire le module de Young. Par exemple, une couche viscoélastique de

1 mm fait passer le module de Young de 2,3 GPa à 1,86 GPa. En augmentant l'épaisseur de cette couche à 1,5 mm, le module de Young est encore réduit à 1,85 GPa. L'ajout d'une seconde couche viscoélastique entraîne une réduction supplémentaire du module de Young à 1,33 GPa, une réduction plus significative que celle observée pour le premier mode de vibration. Cela pourrait être dû à la déformation plus complexe du matériau composite impliquée dans le deuxième mode de vibration. En augmentant l'épaisseur de la deuxième couche viscoélastique à 1,5 mm, le module de Young augmente légèrement (1,51 GPa), ce qui montre que l'interaction entre les deux couches viscoélastiques est plus bénéfique à des épaisseurs plus élevées pour le deuxième mode de vibration que pour le premier.

Enfin, pour le troisième et le quatrième mode, l'intégration des couches viscoélastiques au matériau composite entraîne une réduction significative de son module de Young pour ces modes de vibration. Cette diminution est particulièrement notable pour les composites CVCVC<sub>1</sub> et CVCVC<sub>2</sub>, qui comportent deux couches viscoélastiques.

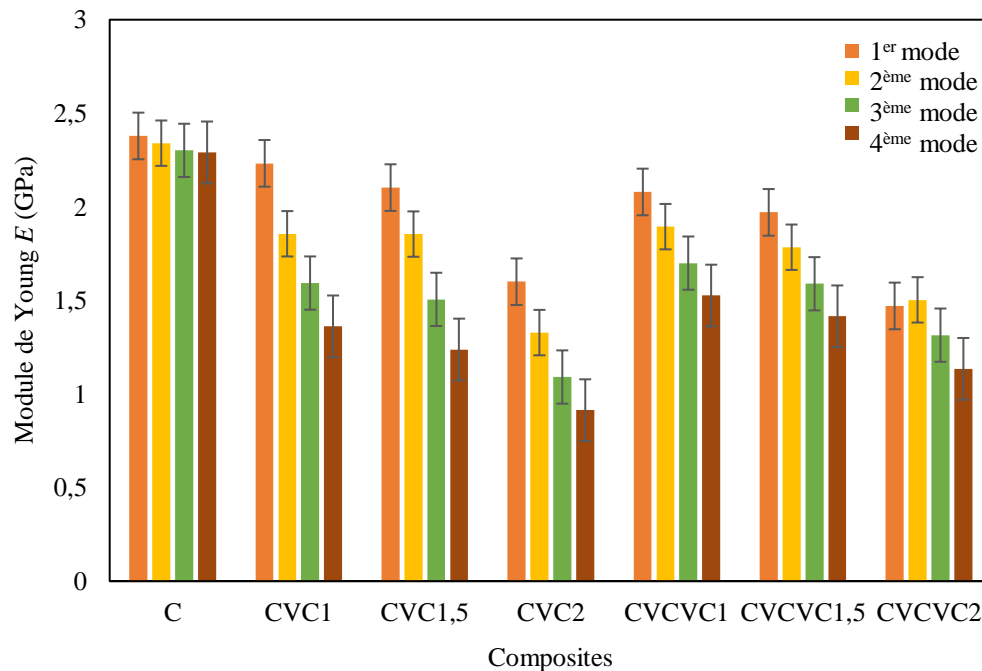


Figure 3-15: Evolution du module de Young des différents composites

Mécaniquement, les couches viscoélastiques agissent comme des amortisseurs, absorbant et dissipant de l'énergie vibratoire par déformation viscoélastique. Physiquement, la viscoélasticité implique que ces couches présentent un comportement dépendant du temps, se déformant lentement sous contrainte et dissipant l'énergie en chaleur. Cette dissipation d'énergie réduit

l'amplitude des vibrations et la rigidité apparente du matériau composite, abaissant ainsi le module de Young. L'effet est plus prononcé pour des composites avec des couches viscoélastiques plus épaisses et des modes de vibration plus complexes, où les déformations locales et les interactions entre les différentes couches jouent un rôle crucial dans la dynamique du système.

### **3.5. Conclusions**

Dans ce chapitre, l'effet de l'intégration des couches viscoélastiques sur les propriétés mécaniques des composites Lin/PLA a été étudié de manière approfondie à travers une série d'essais statiques, de fatigue et de vibration.

Les essais de flexion trois points révèlent que l'ajout d'une couche viscoélastique améliore les déformations des composites, mais l'incorporation d'une deuxième couche diminue ses propriétés en raison des discontinuités accrues. Une épaisseur de couche viscoélastique optimale autour de 1 mm a été identifiée pour maximiser la rigidité en flexion tout en assurant une certaine capacité d'absorption des vibrations.

Les essais de fatigue cyclique ont mis en évidence que les composites avec une seule couche viscoélastique nécessitent davantage de cycles pour atteindre des niveaux de perte de rigidité importants, par rapport aux composites à deux couches. Cependant, les composites à couche unique semblent également capables de mieux résister à des niveaux de chargement élevés sur une plus grande plage de cycles. L'épaisseur de la couche viscoélastique s'est avérée cruciale, avec une épaisseur de 1 mm offrant le meilleur compromis entre résistance à court terme et à long terme.

Les essais de vibration par marteau d'impact montrent que l'ajout des couches viscoélastiques améliore considérablement les propriétés d'amortissement des composites Lin/PLA pour tous les modes de vibration. Une couche viscoélastique de 1 mm d'épaisseur semble offrir les meilleures performances d'amortissement, tandis que l'ajout d'une deuxième couche viscoélastique peut être bénéfique mais dépend fortement de son épaisseur. En contrepartie, l'incorporation de ces couches viscoélastiques entraîne une réduction du module de Young en vibration, particulièrement pour les empilements avec deux couches viscoélastiques.

## **Chapitre 4 : Influence de la température sur le comportement mécanique**

4.1.	Introduction.....	80
4.2.	Influence de la température sur le comportement en statique.....	80
4.3.	Influence de la température sur le comportement en fatigue :.....	85
4.4.	Influence de la température sur comportement vibratoire .....	89
4.5.	Conclusion.....	96

## **4.1. Introduction**

L'usage croissant de composites biosourcés, tels que le Lin/PLA, a suscité un intérêt significatif en raison de leurs applications diverses dans le domaine des structures ces dernières années. Cependant, la sensibilité thermique de ces composites peut potentiellement influencer leurs propriétés et performances mécaniques lorsqu'ils sont soumis à des conditions réelles d'utilisation. Le présent chapitre présente une étude sur les implications de la température sur le comportement mécanique des composites Lin/PLA intégrant une couche viscoélastique. L'objectif de cette étude est d'acquérir une compréhension approfondie des effets thermiques sur le développement des mécanismes de la déformation et de l'endommagement de ces composites et d'analyser le comportement thermomécanique dépendant de la couche viscoélastique afin d'examiner ses interactions avec les plis adjacents

Des essais expérimentaux de flexion trois points en statique et en fatigue sont réalisés sur des éprouvettes, à des niveaux de température soigneusement contrôlés. Les résultats des essais obtenus sont présentés en mettant en évidence les paramètres cruciaux tels que la raideur et les contraintes maximales. Une étude vibratoire est également effectuée sur les mêmes composites. Les vibrations impulsées des composites sont minutieusement analysées à différentes températures. Ces composites présentent généralement une faible résistance aux vibrations, ce qui peut limiter leur utilisation dans des applications où l'amortissement est important. L'intégration de couches viscoélastiques dans les composites Lin/PLA est une stratégie prometteuse pour améliorer leurs propriétés d'amortissement. Les couches viscoélastiques dissipent l'énergie des vibrations par frottement interne, ce qui réduit la rigidité du composite et augmente son amortissement.

## **4.2. Influence de la température sur le comportement en statique**

### **4.2.1. Procédure expérimentale**

Des essais de flexion trois points sont conduits sur des éprouvettes de composites intégrant différentes épaisseurs et empilements de couches viscoélastiques. Les essais sont réalisés sous chargement quasi-statique avec une vitesse de déplacement de 5 mm/min en utilisant une cellule de charge de 1 kN. Chaque éprouvette est testée jusqu'à la rupture, avec une distance entre appuis de 50 mm. Afin de garantir une répétabilité des essais pour chaque empilement, cinq éprouvettes ont été testées afin d'obtenir des résultats fiables. L'originalité de ces essais réside dans le contrôle précis de la température tout au long des essais de flexion. Pour cela, le dispositif d'essai est placé dans une enceinte thermique régulée permettant de maintenir une température constante pendant la durée des essais (Figure 4-1). Différentes températures

comprises entre 20 et 50°C ont été appliquées afin d'étudier l'influence de ce paramètre sur le comportement en flexion des composites.

La raideur en flexion ( $k$ ), ainsi que la contrainte de flexion maximale ( $\sigma_{max}$ ) et la contrainte en cisaillement maximale ( $\tau_{max}$ ), sont déterminées en fonction de la température. Les résultats permettent de mieux comprendre l'influence de la température sur les mécanismes de déformation et d'endommagement de ces composites. Cette compréhension approfondie peut ouvrir la voie à l'étude du comportement thermomécanique des couches viscoélastiques et de leurs interactions avec les plis adjacents.

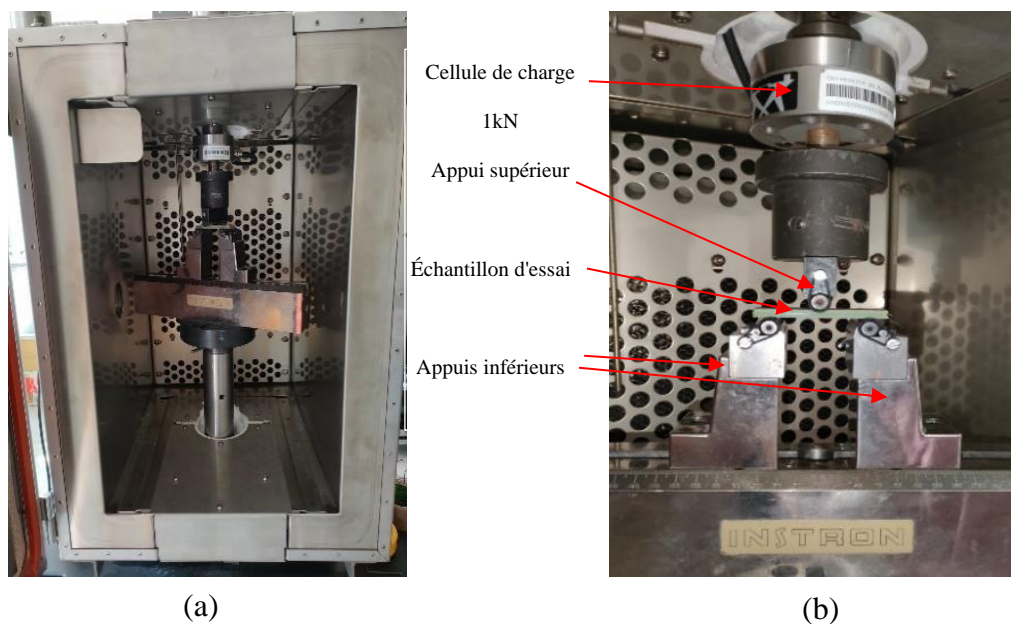
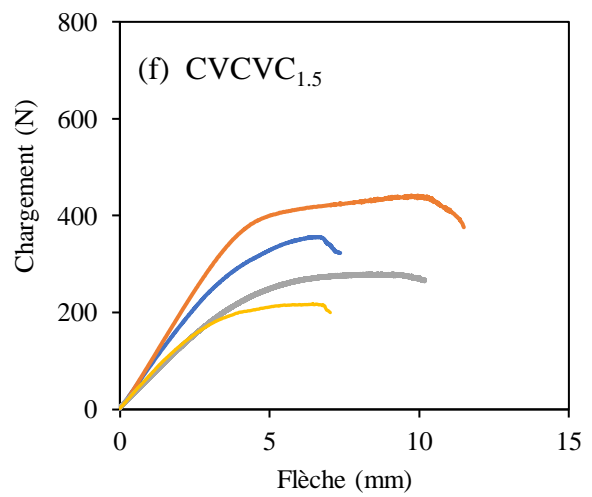
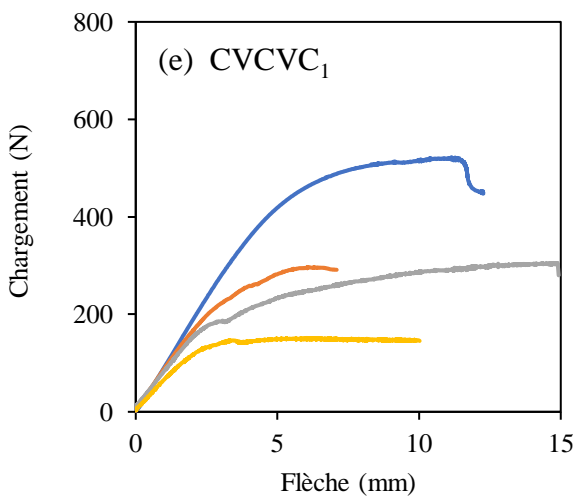
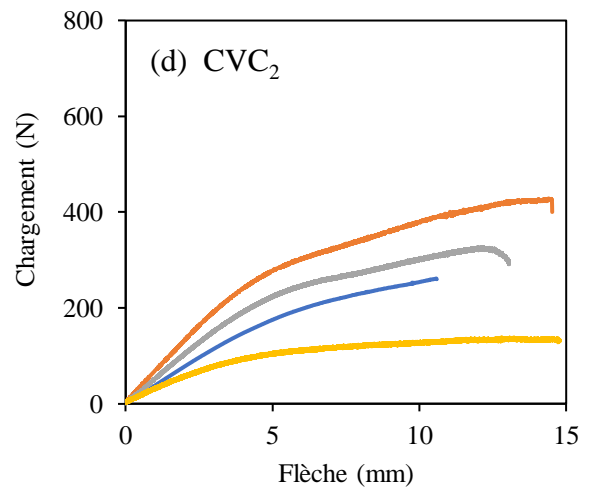
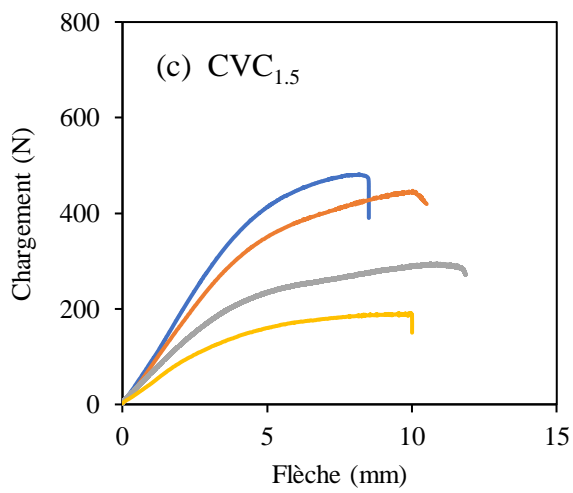
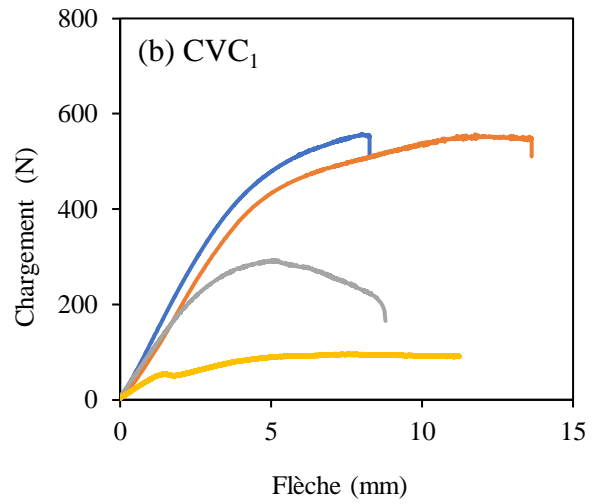
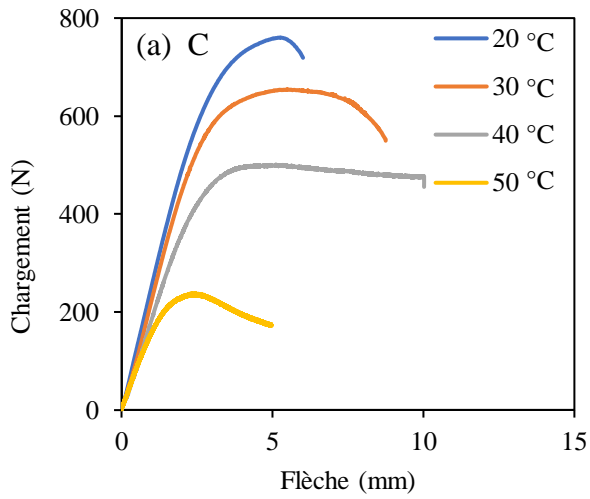


Figure 4-1: Essai de flexion trois points : a) enceinte thermique et b) dispositif d'essai

#### 4.2.2. Résultats

La Figure 4-2 présente les courbes de chargement en fonction de la flèche pour différentes séquences d'empilement et différentes températures. Pour des températures de 20°C à 50°C les courbes obtenues se composent de trois parties : une première zone linéaire, une deuxième zone non-linéaire suivie d'une chute brutale de charge correspondant à la rupture totale de l'éprouvette. Pour une température ambiante à 20°C, les résultats montrent que le composite C possède une rigidité significativement plus élevée que le composite intégrant la couche viscoélastique. En effet, la flèche maximale du composite C reste limitée à 6 mm environ, alors que l'ajout de la couche viscoélastique entraîne une augmentation de la flèche qui peut dépasser les 10 mm lorsque l'épaisseur de la couche viscoélastique atteint 2 mm. Ceci met en évidence l'effet assouplissant de l'insertion de cette couche viscoélastique dans le composite.

Influence de la température sur le comportement mécanique





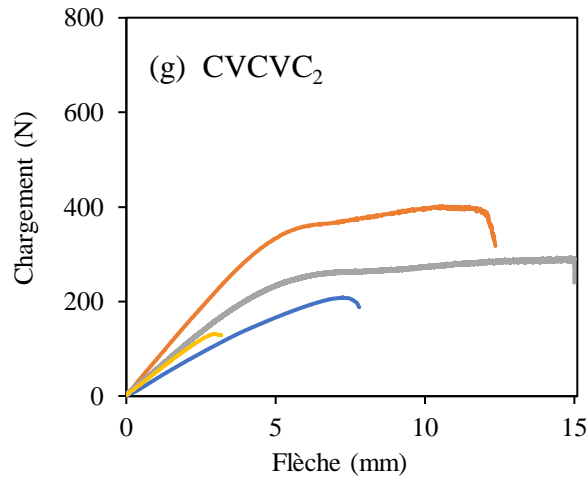


Figure 4-2: Courbes de chargement / flèche des composites à différentes températures et différents composites :  
a) C, b) CVC<sub>1</sub>, c) CVC<sub>1,5</sub>, d) CVC<sub>2</sub>, e) CVCVC<sub>1</sub>, f) CVCVC<sub>1,5</sub> et g) CVCVC<sub>2</sub>

Dans un second temps, l'influence de la température sur le comportement en flexion a été analysée. Les résultats montrent que l'élévation de température entraîne une réduction marquée de la rigidité des composites, aussi bien pour le composite de référence C que pour le composite intégrant la couche viscoélastique. Cet effet thermomécanique se traduit par une augmentation significative de la flèche pour les deux composites lorsque la température passe de 20°C à 40°C. Enfin, les essais réalisés à 50°C ont révélé des effets encore plus prononcés, le composite C présente la rigidité la plus faible et la déflexion la plus élevée à cette température. L'insertion de la couche viscoélastique, bien que conservant sa flexibilité, n'empêche pas la chute de rigidité du composite qui atteint son niveau minimal à 50°C.

La Figure 4-3 montre les variations de la raideur ( $k$ ), de la contrainte maximale de flexion ( $\sigma_{max}$ ) et de la contrainte maximale de cisaillement ( $\tau_{max}$ ) pour différents composites à des températures croissantes. D'une manière générale, l'augmentation de la température réduit la rigidité des composites (Figure 4-3-a), notamment pour ceux qui contiennent des couches viscoélastiques. A titre d'exemple, à 20°C, la raideur du composite C est de l'ordre de 220 N/mm. Cependant, cette valeur diminue à 160 N/mm à 50°C, soit une réduction de 27%. Les composites avec couches viscoélastiques montrent des réductions encore plus prononcées, avec des raideurs passant de 106 N/mm à 41 N/mm pour CVC<sub>1</sub> et 64 N/mm à 29 N/mm pour CVC<sub>2</sub>, pour une température passant de 20 à 50°C.

La contrainte maximale en flexion (Figure 4-3-b) diminue avec l'augmentation de la température. A titre d'exemple, pour le composite C, cette contrainte diminue d'environ de 45% pour une température passant de 20°C à 50°C. D'autre part, le composite CVC<sub>1</sub> montre une contrainte maximale bien inférieure à celle du composite C, avec un écart de 78%. Enfin,

la contrainte maximale en cisaillement, représentée dans la Figure 4-3-c, diminue aussi avec la température et l'épaisseur de la couche viscoélastique. A titre d'exemple, pour le composite CVC<sub>1</sub>, cette contrainte passe de 3,7 MPa à 0,7 MPa entre 20°C et 50°C, soit une réduction de 81%.

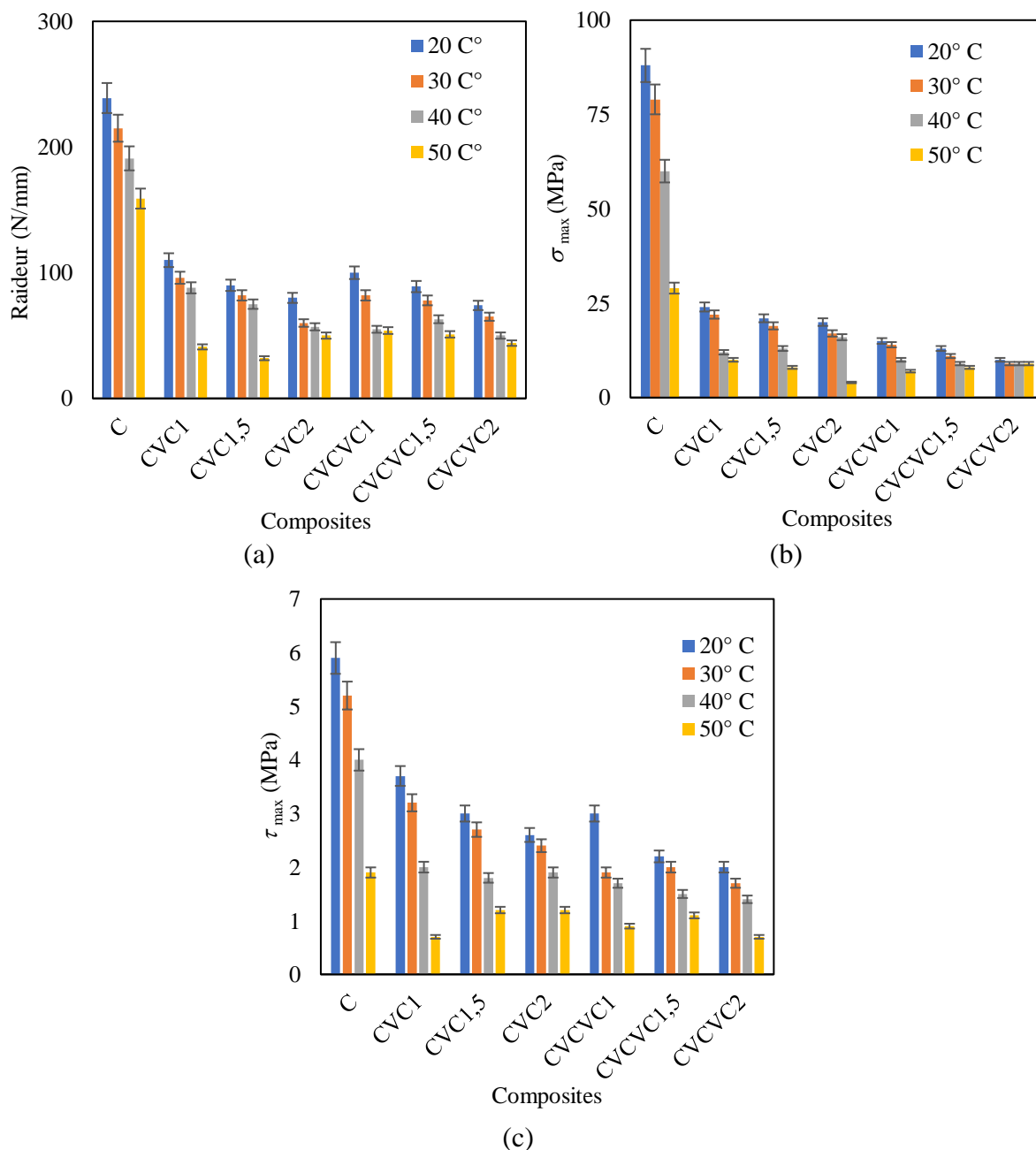


Figure 4-3: Effet de la température sur les caractéristiques statiques : a) la raideur (k), b) contrainte maximale de flexion ( $\sigma_{max}$ ), et c) la contrainte maximale de cisaillement ( $\tau_{max}$ )

L'influence de la température sur la rigidité des composites C peut varier en fonction de plusieurs paramètres, notamment la composition du composite, la méthode de traitement, et l'environnement. La plage de température de fonctionnement habituelle pour de nombreuses

applications se situe généralement entre 0 et 50 °C, où les composites C présentent généralement une stabilité thermique adéquate. Cependant, au-delà de 50 °C, l'exposition prolongée peut entraîner le ramollissement de la matrice PLA, conduisant à une diminution des propriétés mécaniques du composite [141,142].

En règle générale, avec l'augmentation de la température, le caoutchouc a tendance à devenir plus mou et malléable. Entre 20 et 30 °C, la couche viscoélastique en TPU conserve sa fermeté et peut supporter des niveaux modérés de contraintes et de déformation sans subir une déformation significative. Ensuite, il existe une plage lorsque la température atteint 40 °C, la couche viscoélastique devient notablement plus souple et peut s'étirer davantage sans rompre. Toutefois, vers les 50 °C, le caoutchouc peut devenir plus mou, perdant ainsi une partie de son intégrité structurelle et risque une déformation ou même une rupture sous des contraintes extrêmes.

Ces observations soulignent l'importance de compréhension de l'effet de la température sur les performances mécaniques des composites Lin/PLA, en particulier au-delà de 50 °C. La contrainte maximale est plus élevée à 30 °C qu'à 20 °C pour quelques composites tel que CVC<sub>1</sub>, CVC<sub>2</sub>, CVCVC<sub>1.5</sub> et CVCVC<sub>2</sub>, attribuable à l'accroissement de la flexibilité et de la capacité d'absorption de la couche viscoélastique à mesure que la température augmente. La contrainte de cisaillement maximale du composite Lin/PLA est également affecter par la température et l'épaisseur de la couche de caoutchouc (Figure 4-3). En général, cette contrainte diminue avec l'augmentation de la température et de l'épaisseur de la couche de caoutchouc. Cette réduction s'explique par la plus grande flexibilité de la couche de caoutchouc, qui se cisaille plus facilement à des températures plus élevées. L'épaisseur de la couche de caoutchouc a une influence sur la capacité à résister à une contrainte de cisaillement plus élevée sans créer de fissure. L'ajustement de l'épaisseur de la couche viscoélastique offre la possibilité d'ajuster finement les propriétés mécaniques du composite pour répondre aux exigences variées des différents cas d'utilisation.

### **4.3. Influence de la température sur le comportement en fatigue :**

#### **4.3.1. Effet sur la raideur**

Les essais de fatigue cyclique sont réalisés pour divers déplacements moyens (de 0.5 à 6 mm) et à différentes températures (30, 40 et 50°C) en suivant la même procédure décrite précédemment. L'évolution de la raideur à 30°C en fonction du déplacement moyen, illustrée dans la Figure 4-4-a. Elle montre une tendance similaire pour tous les composites à savoir : une diminution progressive de la raideur est observée avec l'augmentation du déplacement moyen. Cette réduction peut être due à plusieurs facteurs, tels que les micro-endommagements causés

par le chargement cyclique, la dégradation de la matrice polymère sous l'effet des charges cycliques, le décollement éventuel de l'interface entre la couche viscoélastique et le composite. Il est à noter que cette diminution est plus marquée dans le cas du composite sans couches viscoélastiques.

Pour certains déplacements imposés, le composite CVC<sub>1.5</sub> présente une raideur plus élevée que CVC<sub>1</sub> et CVC<sub>2</sub>, tandis que pour d'autres déplacements, c'est l'inverse. La température a un effet modéré sur la raideur des composites testés, avec une légère diminution observée à faibles températures pour tous les composites. Cette variation peut s'expliquer par la souplesse accrue des polymères à des températures plus élevées. La microstructure des composites joue un rôle crucial dans leur comportement en fatigue, avec la présence de défauts tels que des pores et des inclusions pouvant affecter la raideur et la résistance à la fatigue.

À 40°C, la Figure 4-4-b montre que le composite CVC<sub>1</sub> devient plus rigide que CVC<sub>1.5</sub> et CVCVC<sub>1.5</sub>. Comme observé précédemment, la raideur diminue progressivement avec l'augmentation du déplacement appliqué pour tous les composites. Comparées aux résultats à 30°C, les valeurs de la raideur sont encore plus faibles à 40°C pour tous les composites, confirmant l'effet assouplissant de la température sur les polymères. Une analyse des résultats d'essais de fatigue à 50°C est nécessaire pour obtenir une vision exhaustive de l'effet de la température.

La Figure 4-4-c, qui présente l'évolution de la raideur en fonction du déplacement moyen à 50°C, montre que le composite C conserve une rigidité légèrement supérieure par rapport aux autres composites. De plus, l'ordre des raideurs des composites CVCVC<sub>1</sub> et CVCVC<sub>1.5</sub> s'inverse par rapport à 40°C. Comme pour les autres températures, la rigidité diminue progressivement avec l'augmentation du déplacement appliqué pour tous les composites. L'impact de la température sur la rigidité est encore plus prononcé à 50°C qu'à des températures inférieures. Il est essentiel de souligner que l'analyse des résultats d'essais de fatigue à 50°C est particulièrement importante pour comprendre le comportement des composites dans des conditions d'utilisation extrêmes.

La comparaison des résultats de rigidité obtenus à différentes températures (30°C, 40°C et 50°C) permet de mieux appréhender l'évolution du comportement des composites en fonction de la température. La diminution de la raideur avec l'élévation de la température est principalement due au comportement viscoélastique des polymères. À des températures plus élevées, les chaînes polymériques sont plus mobiles, ce qui les rend plus déformables, entraînant ainsi une baisse de la raideur. La rigidité diminue globalement avec le déplacement appliqué pour tous les composites et à toutes les températures. Le comportement des

composites en fatigue est complexe et dépend de plusieurs facteurs, notamment la composition du composite, la microstructure, les propriétés viscoélastiques et les conditions de chargement.

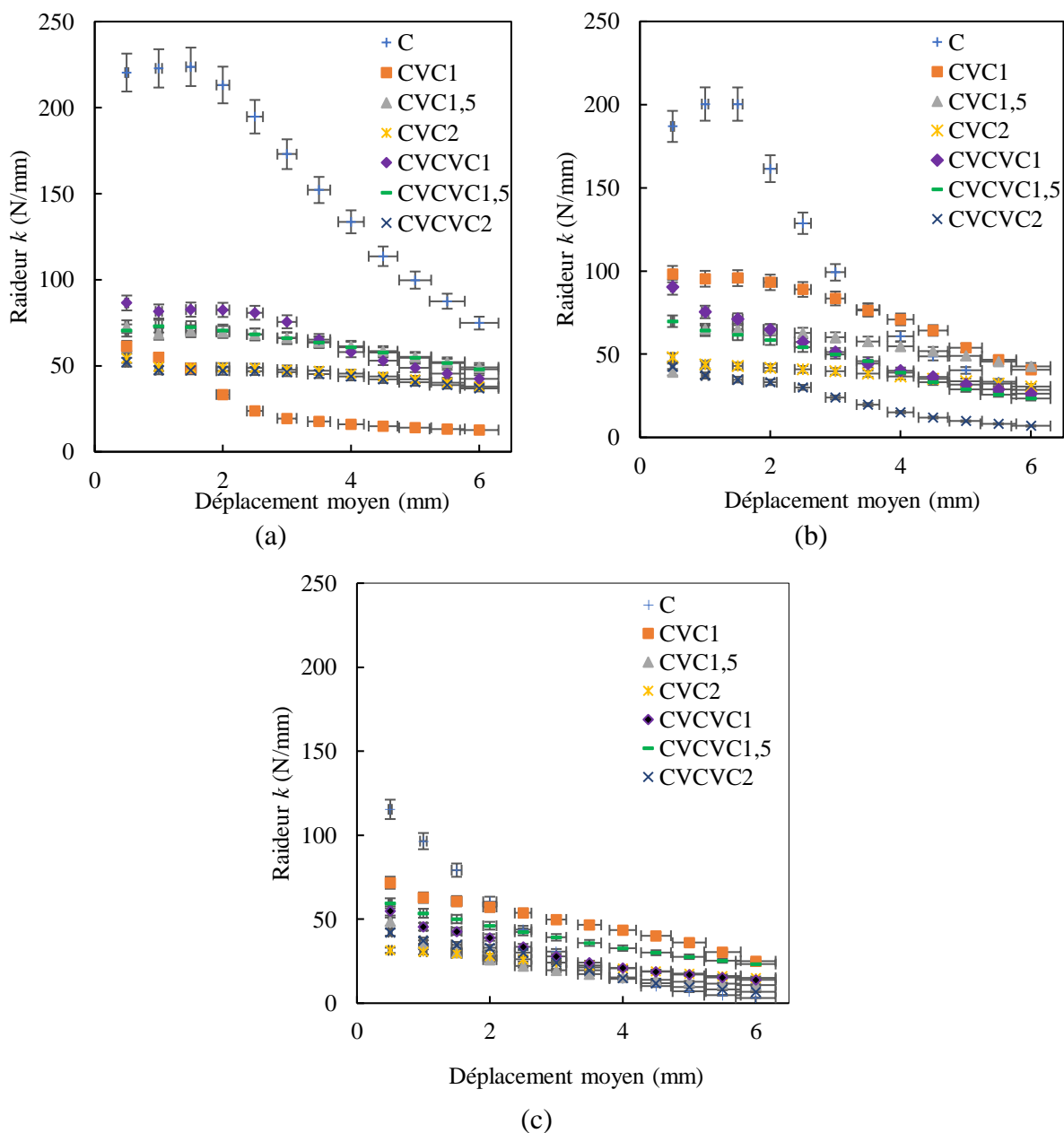


Figure 4-4: Evolution de la raideur en fonction du déplacement moyen à différentes températures : a) 30°C, b) 40°C et c) 50°C.

#### 4.3.2. Effet sur coefficient d'amortissement.

La fatigue peut considérablement affecter les propriétés des composites, notamment leur raideur et leurs coefficients d'amortissement ( $\eta_f$ ). Comprendre ces relations est crucial pour la conception et l'utilisation de composites dans des applications soumises à des charges cycliques.

L'évolution du coefficient d'amortissement, présentée dans la Figure 4-5 pour chaque composite et chaque déplacement moyen, montrent que les composites avec des couches viscoélastiques tendent à avoir un amortissement plus élevé que le composite C sans couche viscoélastique. L'analyse des résultats à faible température (30°C) de la Figure 4-5-a permet d'évaluer le comportement des composites sous chargements cycliques, fournissant des indications sur leur capacité à dissiper l'énergie mécanique. En observant  $\eta_f$  pour tous les composites, on constate qu'il diminue légèrement puis augmente avec le déplacement appliqué.

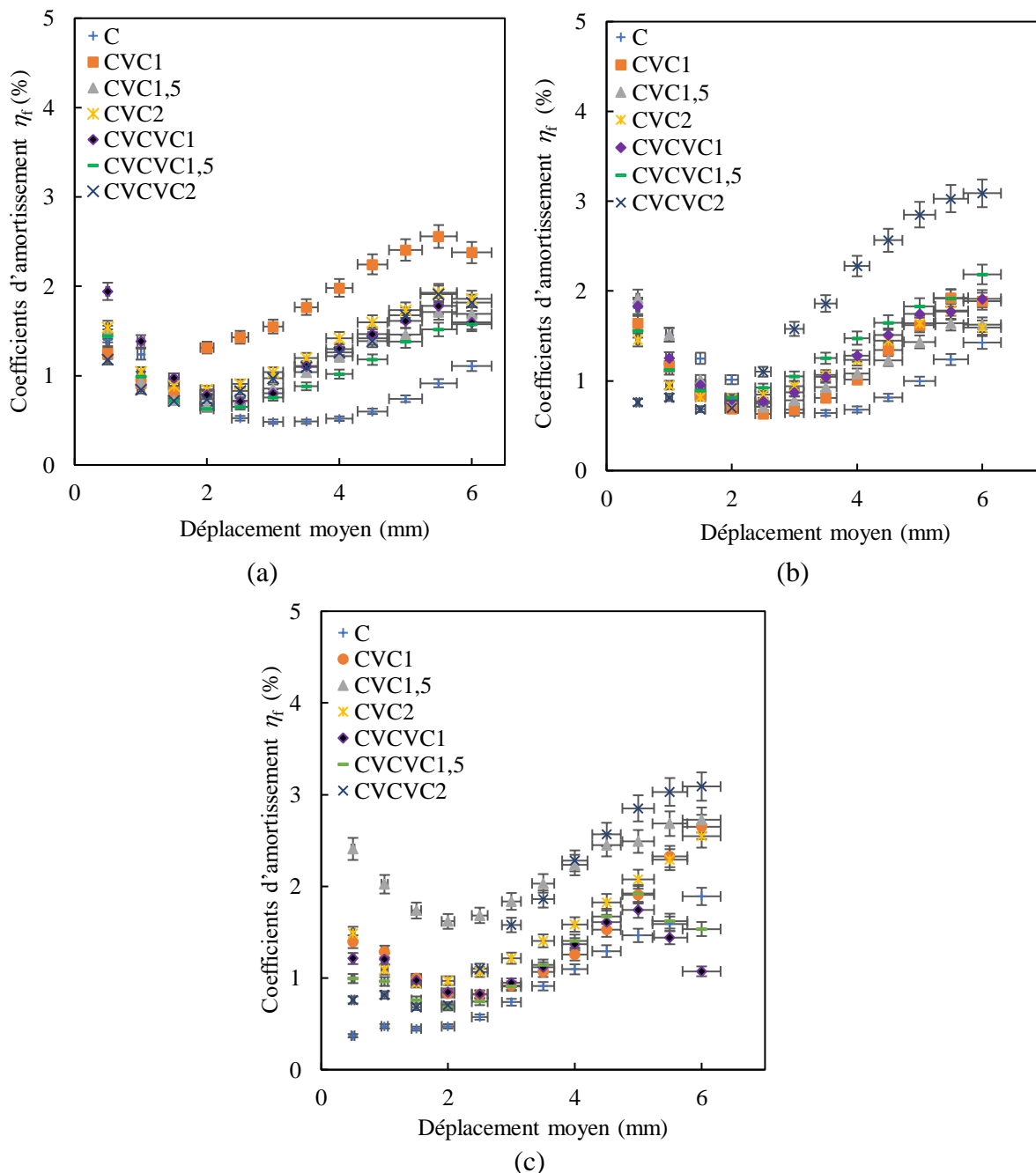


Figure 4-5: Evolution du coefficient d'amortissement en fonction du déplacement moyen à différentes températures : a) 30°C, b) 40°C et c) 50°C

Ce phénomène peut être attribué à plusieurs facteurs. Premièrement, l'activation des mécanismes d'amortissement viscoélastique joue un rôle important. Les couches viscoélastiques des composites CVC<sub>1</sub>, CVC<sub>1.5</sub> et CVCVC<sub>1.5</sub> dissipent plus d'énergie par frottement interne entre les chaînes polymériques. De plus, la présence de micro-défauts et d'endommagements contribue également à ce phénomène. L'augmentation initiale du déplacement peut provoquer l'ouverture et la fermeture de microfissures et de micro-délaminages dans le composite, contribuant ainsi à la dissipation d'énergie. L'augmentation de la température entraîne une augmentation de du facteur d'amortissement pour l'ensemble des composites comme illustré dans les figures Figure 4-5-b et La Figure 4-5-c. Cette augmentation peut s'expliquer par une augmentation de la viscosité des polymères à 50°C, ce qui accroît leur capacité à dissiper l'énergie par frottement interne. Toutefois, cette augmentation de  $\eta_f$  s'accompagne également d'une diminution de la raideur des composites, comme observé dans les analyses précédentes.

#### **4.4. Influence de la température sur comportement vibratoire**

##### **4.4.1. Dispositif expérimental**

Afin d'étudier l'influence de la température sur les propriétés vibratoires, tous les composites sont placés dans une enceinte climatique ajustée à la température requise (30, 40 ou 50 °C). Cette enceinte permet de contrôler et de maintenir des conditions de température stables pour garantir des résultats d'essai. Les composites sont laissés dans l'enceinte climatique pendant une durée suffisante pour assurer une répartition uniforme de la température de l'échantillon. Cette étape est cruciale pour éviter les gradients de température qui pourraient affecter les résultats des essais. Après la période de stabilisation, la température des composites est vérifiée à l'aide d'un thermomètre laser. Cet instrument permet une mesure rapide et précise de la température de surface des échantillons sans contact direct. Une fois la température des échantillons confirmée, les essais de vibration sont réalisés immédiatement pour minimiser toute variation de température. Un marteau d'impact est utilisé pour générer des vibrations dans les échantillons. Les réponses vibratoires des échantillons sont enregistrées à l'aide de capteurs de vibration laser connectés à un système d'acquisition de données. Les résultats sont analysés pour évaluer les effets de la température sur les propriétés vibratoires des composites.

Cette méthodologie expérimentale ouvre de nouvelles perspectives pour la caractérisation fine du comportement vibratoire des composites en fonction de la température. Les résultats permettront d'alimenter et/ou valider des modèles permettant de prédire le comportement vibratoire des structures composites dans leur environnement de service.

#### 4.4.2. Résultats

##### 4.4.2.1. Effet sur la FRF

Les courbes de FRF (Figure 4-6) illustrent l'amplitude de la réponse vibratoire en fonction de la fréquence pour différents composites et différentes températures. La réponse du composite C est comparée à celle de composites intégrant des couches viscoélastiques de 1, 1,5 et 2 mm d'épaisseur. On observe que l'insertion de la couche viscoélastique provoque un décalage des fréquences de résonance vers les basses fréquences. Ce décalage augmente avec l'accroissement de l'épaisseur de la couche viscoélastique.

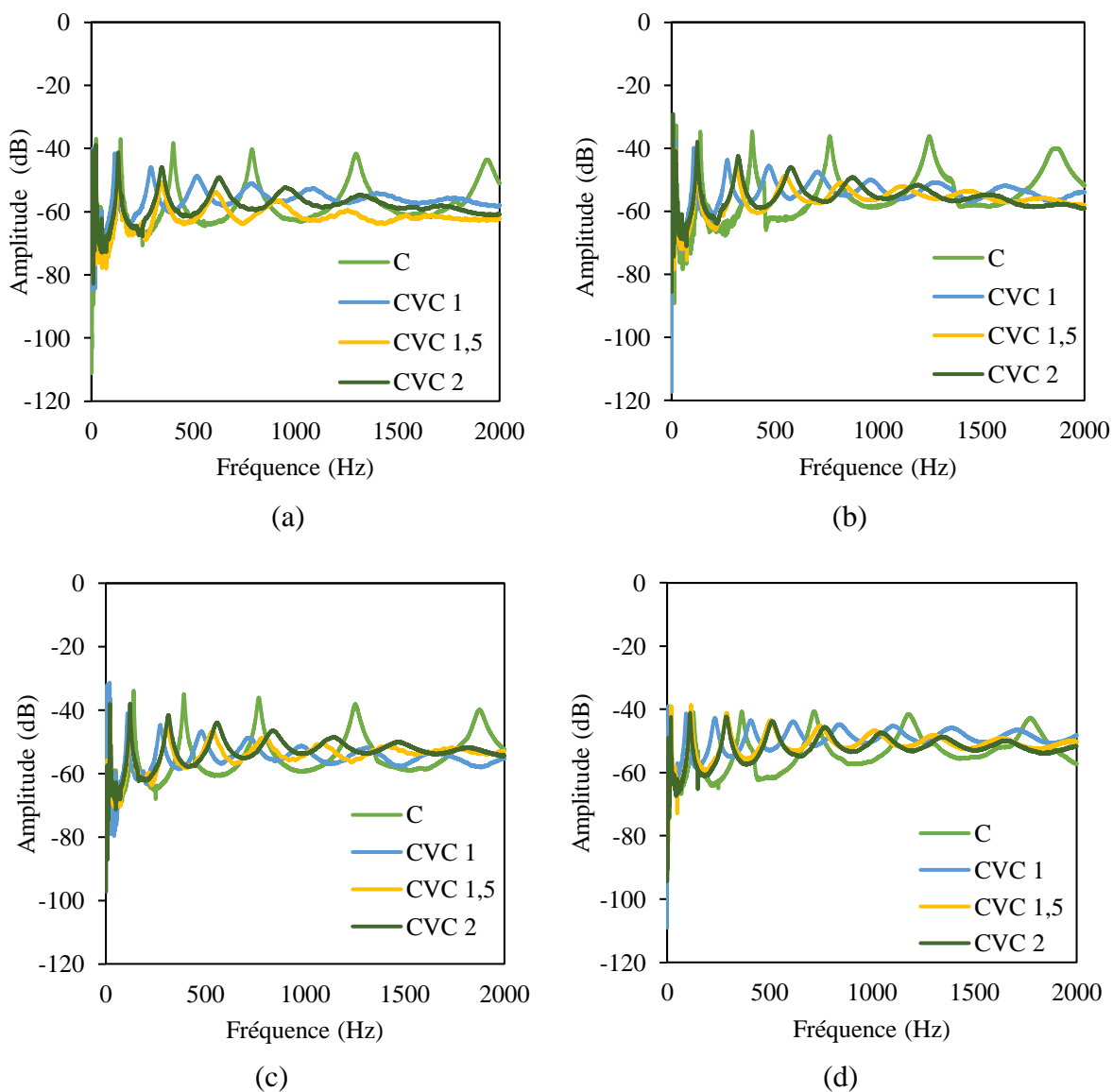


Figure 4-6: Courbes FRF à différentes températures : a) 20°C, b) 30°C, c) 40°C et d) 50 °C

Une atténuation significative des amplitudes de résonance est observée avec la présence de la couche viscoélastique, cette atténuation croît avec l'épaisseur de la couche. Elle est attribuée à



la nature visqueuse de la couche viscoélastique, qui permet la dissipation de l'énergie vibratoire par friction interne entre les chaînes moléculaires. Cette friction peut transformer une partie de l'énergie mécanique en chaleur pendant les cycles de vibration, réduisant ainsi l'amplitude du mouvement.

La dissipation interne prend une importance croissante au fur et à mesure lorsque la couche viscoélastique est plus épaisse. Ce phénomène s'explique par la capacité accrue du caoutchouc à absorber et dissiper l'énergie vibratoire, provoquant ainsi une réduction des amplitudes de résonance. De plus l'influence de la température est également notable : le passage de 20 °C à 50 °C se traduit par une diminution des fréquences de résonance et une augmentation des bandes passantes pour différents modes de vibration. Ce comportement est attribué aux variations des propriétés viscoélastiques du composite avec la température. À des températures plus élevées, la mobilité moléculaire du polymère viscoélastique s'accroît en raison de l'agitation thermique, intensifiant ainsi les frictions internes. Cette augmentation de la bande passante contribue à une dissipation plus importante de l'énergie vibratoire, influençant ainsi les caractéristiques vibratoires du composite. Ces résultats soulignent l'impact de la température et de l'épaisseur de la couche viscoélastique sur les performances vibratoires, offrant ainsi des perspectives importantes pour l'optimisation de la conception des structures en composites.

#### **4.4.2.2. Effet sur le facteur de perte**

La Figure 4-7 illustre l'évolution du facteur de perte pour divers composites à différentes températures, révélant des tendances significatives à travers les quatre premiers modes de vibration étudiés. Dans l'ensemble, les composites intégrant des couches viscoélastiques surpassent systématiquement le composite C en termes d'amortissement, avec CVC<sub>1.5</sub> se distinguant par les meilleures performances dans la plupart des conditions. Nous constatons que :

- Pour le premier mode (Figure 4-7-a), le composite CVC<sub>1.5</sub> présente le facteur de perte le plus élevé à toutes les températures, suivi de près par CVC<sub>1</sub>, tandis que le composite C présente constamment les valeurs les plus faibles. Cette tendance s'explique par la capacité des matériaux viscoélastiques à dissiper l'énergie mécanique sous forme de chaleur lors de leur déformation, un mécanisme particulièrement efficace même à basse fréquence.
- Le deuxième mode (Figure 4-7-b) montre des tendances similaires, mais avec des facteurs de perte généralement plus élevés pour tous les composites. Cette augmentation du facteur de perte avec la fréquence s'explique par le fait qu'à des fréquences plus

élevées, les chaînes moléculaires des matériaux viscoélastiques subissent des déformations plus rapides, entraînant une dissipation d'énergie plus importante.

- Le troisième mode (Figure 4-7-c) accentue encore ces différences, avec CVC<sub>1.5</sub> affichant des performances exceptionnelles, particulièrement à 50°C. Cette amélioration à haute fréquence souligne l'efficacité croissante des matériaux viscoélastiques dans ces conditions, probablement due à une meilleure exploitation de leurs propriétés dynamiques.
- Le quatrième mode (Figure 4.7-d) révèle cependant des comportements plus complexes. À 20°C, CVC2 présente un facteur de perte de 12,7%, suivi de CVC1.5 10,9%, tandis que le composite C reste le moins performant (2,6%). Cette variation par rapport aux modes précédents suggère que l'efficacité des différentes configurations de couches viscoélastiques peut dépendre de la fréquence de vibration.

L'influence de la température est notable à travers tous les modes, avec un point d'inflexion à 50°C. À cette température, CVC<sub>1.5</sub> connaît souvent une amélioration significative de son facteur de perte, tandis que les autres composites peuvent montrer une légère baisse. Ce phénomène pourrait s'expliquer par le fait que 50°C se rapproche de la température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) du matériau viscoélastique utilisé dans CVC<sub>1.5</sub>, augmentant ainsi sa capacité de dissipation d'énergie. L'influence de la température sur le facteur de perte modale des composites s'avère complexe et dépend de plusieurs facteurs tels que le type de composite, l'empilement des couches viscoélastiques et la température appliquée. En général, un accroissement de la température entraîne une augmentation de facteur de perte pour la plupart des composites, à l'exception du composite C et de CVC<sub>1</sub> pour le premier mode. Cette tendance s'observe particulièrement entre 30°C et 50°C, suggérant une activation accrue des mécanismes d'amortissement viscoélastique à des températures plus élevées. Cependant, le comportement n'est pas toujours linéaire, comme le démontrent certains composites présentant des augmentations du facteur de perte plus marquées dans cette plage de température.

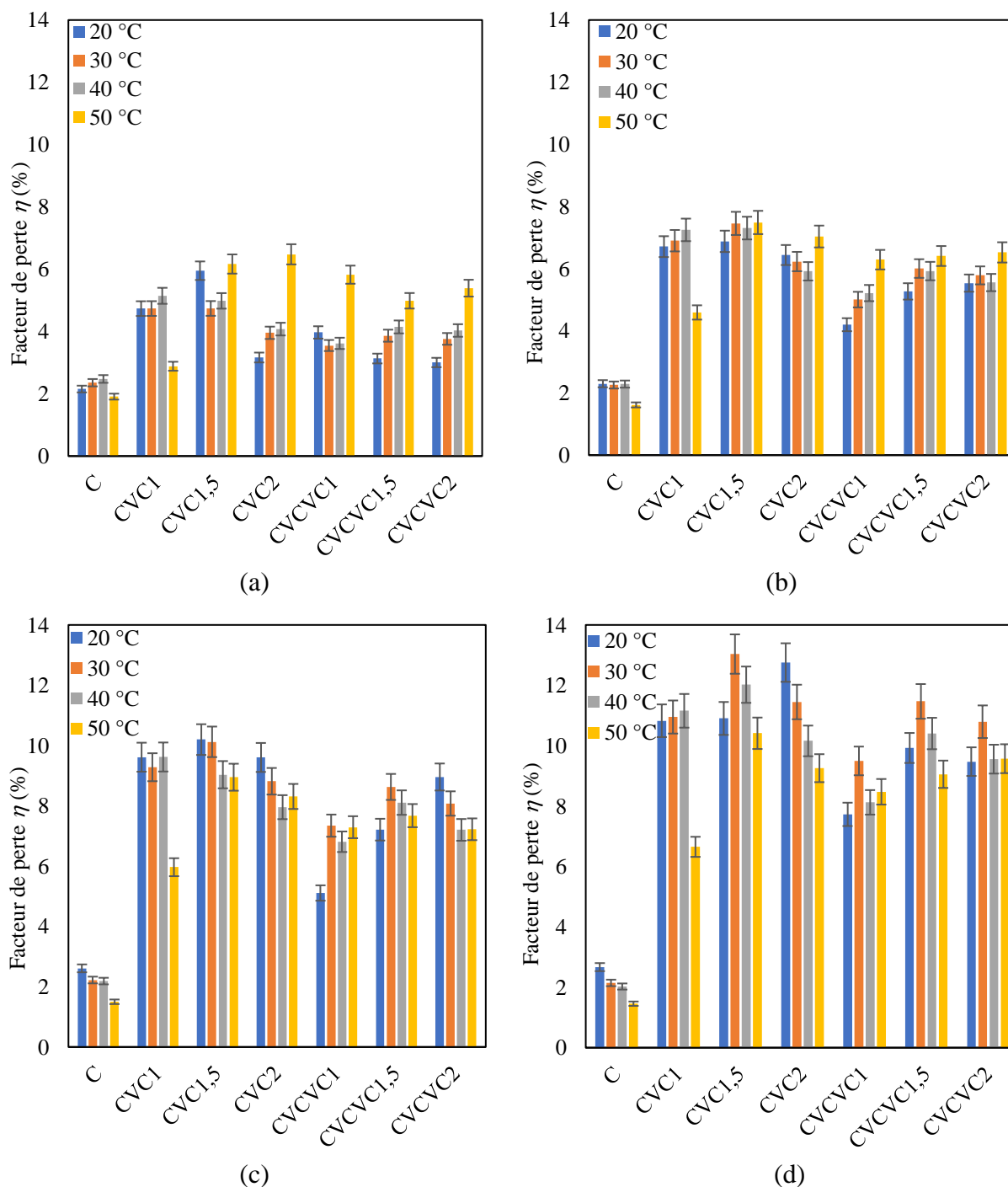


Figure 4-7: Amortissement en vibration des composites pour différentes températures et différents modes : a) 1<sup>er</sup> mode, b) 2<sup>ème</sup> mode, c) 3<sup>ème</sup> mode et d) 4<sup>ème</sup> mode.

L'effet de l'empilement des couches viscoélastiques joue également un rôle significatif. Les composites avec deux couches viscoélastiques tendent à afficher une augmentation ou une diminution du facteur de perte plus importante avec la température que ceux avec une seule couche, suggérant un effet synergique des couches. Ce phénomène est particulièrement accentué à basse température et diminue généralement à mesure que la température augmente.

#### 4.4.2.3. Effet sur le module de Young

La Figure 4-8 présente l'évolution du module de Young dynamique des composites à différentes températures et pour les quatre premiers modes de vibration. Les résultats obtenus montrent une tendance générale de diminution du module de Young des composites à mesure que la température augmente à travers tous les modes étudiés. Dans le premier mode (Figure 4-8-a), le composite C affiche la plus grande rigidité à toutes les températures, tandis que les composites avec couches viscoélastiques, comme CVCVC<sub>2</sub>, présentent des modules de Young plus faibles, bien que l'écart se réduise à des températures plus élevées. Cette réduction de l'écart suggère que l'effet des couches viscoélastiques devient moins prononcé à des températures élevées, probablement en raison de la diminution de la rigidité des polymères. Dans le deuxième mode (Figure 4-8-b), cette hiérarchie est maintenue, avec C dominant en termes de rigidité, tandis que les composites viscoélastiques restent moins rigides, ce qui souligne leur faible capacité à maintenir leur rigidité avec la chaleur. Le troisième mode (Figure 4-8-c) confirme cette tendance, avec un écart qui se réduit progressivement à des températures plus élevées, indiquant que les matériaux viscoélastiques perdent leur efficacité en tant que renforts structuraux dans ces conditions. Enfin, dans le quatrième mode (Figure 4-8-d), le composite C continue de dominer malgré une diminution globale du module de Young, ce qui montre que les composites traditionnels conservent mieux leur rigidité sous des conditions thermiques élevées, tandis que les composites avec couches viscoélastiques deviennent de moins en moins rigides, particulièrement à 50°C.

Pour tous les modes, une diminution significative du module de Young est observée avec l'augmentation de la température. Cette tendance est particulièrement marquée entre 20°C et 40°C, montrant une transition dans les propriétés mécaniques des composites dans cette plage thermique. Le composite C, dépourvu de couches viscoélastiques, maintient systématiquement le module de Young le plus élevé, quelle que soit la température ou le mode de vibration. Cette constance souligne l'impact des couches viscoélastiques sur la rigidité globale des structures. L'insertion de ces couches entraîne généralement une réduction du module de Young. Cet effet est plus prononcé à basse température et tend à s'atténuer avec l'augmentation de la température. L'écart entre les modules des différents composites tend à se réduire aux températures élevées, notamment à 50°C. Ce phénomène montre une homogénéisation du comportement mécanique des composites à haute température. Bien que les tendances générales soient similaires pour tous les modes de vibration, on note des nuances dans le comportement de certains composites selon le mode considéré, soulignant l'importance d'une analyse multimodale pour une caractérisation complète.

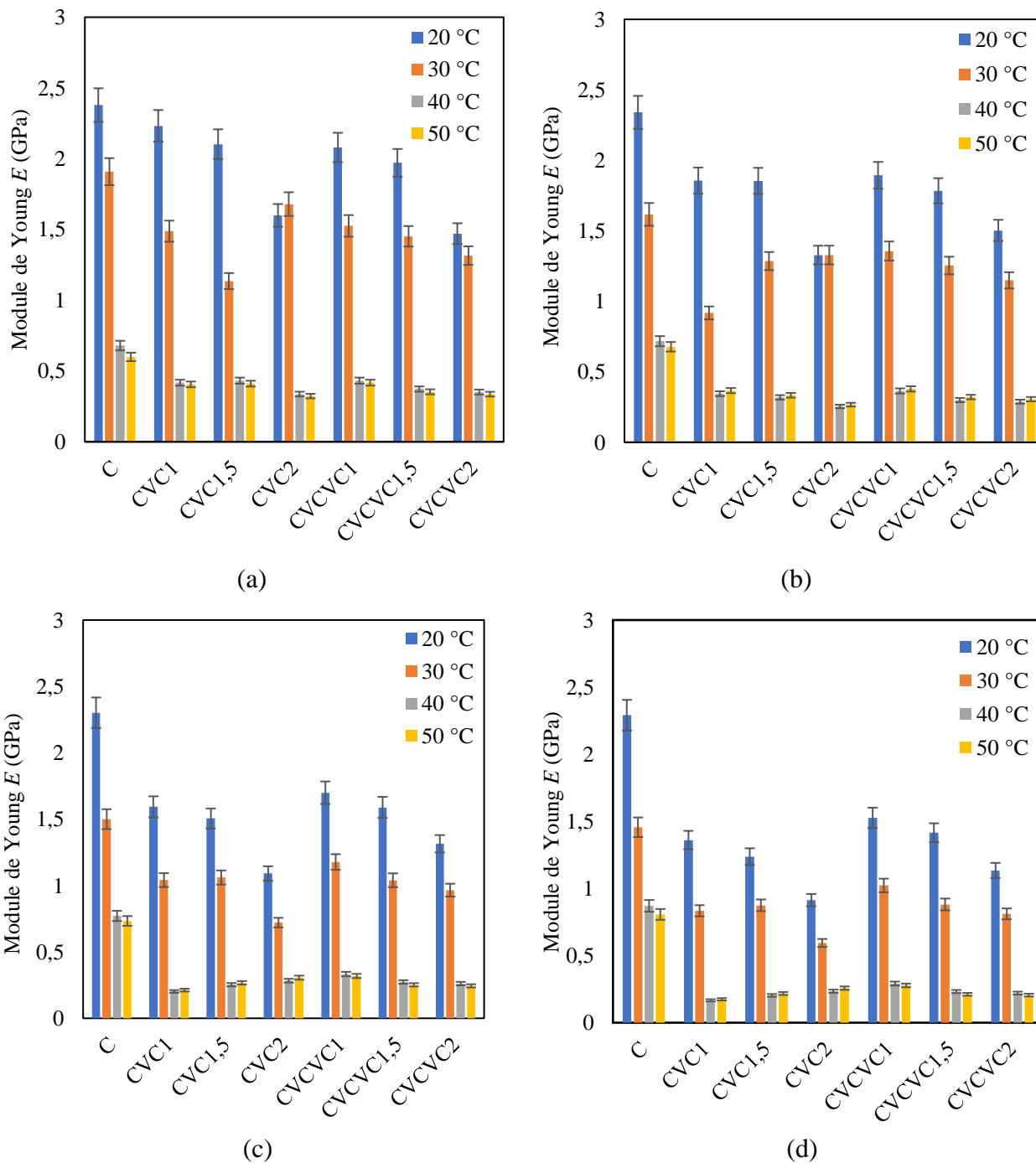


Figure 4-8: Evolution du module de Young dynamique des composites pour différentes températures et différents modes : a) 1<sup>er</sup> mode, b) 2<sup>ème</sup> mode, c) 3<sup>ème</sup> mode et d) 4<sup>ème</sup> mode.

L'analyse des variations en fonction de la température révèle également des informations importantes. En général, une diminution du module de Young est observée avec l'augmentation de la température, mais l'ampleur de cette diminution peut varier selon le composite et le mode. Par exemple, pour le composite CVC<sub>1</sub>, la diminution du module entre 20°C et 50°C est plus importante pour le premier mode que pour les modes d'ordre supérieur, ce qui met en

évidence une sensibilité différente aux effets thermiques selon la fréquence de vibration. L'influence de la température sur les propriétés des composites est clairement observable, avec une tendance générale à la diminution du module de Young au fur et à mesure que la température augmente. Ce phénomène peut être attribué à l'accroissement thermique des particules constitutives du composite, favorisant ainsi leur déformation sous contrainte. L'ajout de couches viscoélastiques impacte significativement le module de Young des composites. Globalement, l'incorporation de ces couches entraîne une diminution de la rigidité du composite. Cette réduction est due à la capacité des composites viscoélastiques à absorber et dissiper l'énergie mécanique sous forme de chaleur, diminuant ainsi la rigidité globale du composite. Une comparaison entre les différents composites révèle des comportements distincts. Les composites  $CVC_1$ ,  $CVC_{1,5}$  et  $CVC_2$  présentent des modules de Young plus élevés, donc une rigidité accrue qui peut être attribuée à une concentration plus élevée en fibres ou à l'utilisation de fibres plus rigides. En revanche, les composites  $CVCVC_1$ ,  $CVCVC_{1,5}$  et  $CVCVC_2$ , dotés de couches viscoélastiques, affichent des modules de Young inférieurs à leurs homologues sans ces couches, surtout à basse température, ainsi l'efficacité des couches viscoélastiques dans la modification des propriétés mécaniques du composite.

#### **4.5. Conclusion**

Cette étude approfondie a permis d'acquérir une compréhension détaillée de l'influence de la température sur le comportement mécanique et vibratoire des composites Lin/PLA intégrant des couches viscoélastiques. Les essais de flexion 3 points mettent en évidence les effets de la température et de l'épaisseur des couches viscoélastiques sur des paramètres clés tels que la rigidité en flexion, la contrainte maximale en traction et la contrainte maximale en cisaillement. Une diminution significative de ces propriétés est constatée avec l'augmentation de la température, particulièrement pour les composites avec couches viscoélastiques en raison de leur capacité accrue à dissiper l'énergie mécanique. Les tests de fatigue révèlent une diminution progressive de la rigidité avec l'augmentation du déplacement moyen et de la température pour tous les composites. Cette réduction est beaucoup plus marquée pour les composites avec des couches viscoélastiques, soulignant leur sensibilité accrue aux charges cycliques et aux effets thermiques. Le coefficient d'amortissement en fatigue augmente généralement avec le déplacement appliqué et la température, avec des variations notables selon la configuration des couches viscoélastiques. Ces résultats mettent en évidence l'importance de considérer les effets combinés de la fatigue et de la température dans la conception de structures utilisant ces composites. Les essais vibratoires révèlent un décalage des fréquences de résonance vers les

basses fréquences et une atténuation des amplitudes de résonance lors de l'ajout de couches viscoélastiques, effets amplifiés par la hausse de température. Le facteur de perte  $\eta$  augmente généralement avec la température, à l'exception de quelques composites, son évolution dépendant de l'épaisseur et de la séquence d'empilement des couches viscoélastiques. Le module de Young dynamique diminue également de façon notable avec l'insertion de la couche viscoélastique et la température.

Les connaissances approfondies acquises dans cette étude sur le comportement thermomécanique et vibratoire des composites Lin/PLA avec l'insertion de couches viscoélastiques constitue une base solide pour aborder les prochaines étapes de caractérisation de leurs performances. Le chapitre suivant se penche sur la réponse de ces composites biosourcés et innovants face à des sollicitations dynamiques de type impact. Une campagne d'essais d'impact par tour de chute est mise en œuvre afin d'évaluer la résistance aux chocs de différents composites Lin/PLA avec et sans couches viscoélastiques. L'influence des paramètres clés tels que l'épaisseur des couches viscoélastiques, la vitesse et l'énergie d'impact est analysée en profondeur. Cette étude permettra de comprendre les mécanismes d'endommagement spécifiques induits par les impacts et d'identifier les configurations optimales capables de dissiper efficacement l'énergie de l'impact tout en préservant l'intégrité structurelle du composite. Les résultats de ces essais d'impact viennent compléter les connaissances acquises précédemment et ouvrent de nouvelles perspectives pour le dimensionnement et l'utilisation de ces composites dans des applications structurelles soumises à des chargements dynamiques intenses.

## **Chapitre 5. Comportement du composite sous impact**

5.1.	Introduction.....	99
5.2.	Procédure expérimentale.....	100
5.3.	Endommagements externes et internes des composites soumis à l'impact .....	101
5.4.	Procédure de préparation des échantillons.....	108
5.5.	Observation à l'échelle mésoscopique.....	109
5.6.	Observation à l'échelle microscopique.....	115
5.7.	Synthèse .....	118
5.8.	Conclusion.....	119



## 5.1. Introduction

Les composites à base de fibres courtes végétales ont longtemps été considérés comme des matériaux non structurels, et leur résistance à l'impact est évaluée par des tests simples tels que les essais Charpy. Ces tests permettent de mesurer la ténacité du composite et son mode de rupture, ductile ou fragile, en fonction de la nature des fibres végétales utilisées [143,144]. Cependant, ces tests ne sont pas suffisants pour caractériser le comportement des composites à base de fibres végétales dans des conditions d'impact plus réalistes, comme celles rencontrées dans des applications structurelles ou semi-structurelles. Face à l'essor des composites à base de fibres végétales dans divers domaines d'application, il devient indispensable de les soumettre à des tests d'impact plus approfondis et plus représentatifs [145]. Les essais d'impact permettent d'obtenir une grande quantité d'informations sur le matériau et sa réponse lors d'un impact, en simulant différents types de sollicitations réelles, telles que la chute d'objets ou le choc avec d'autres matériaux [146]. Ainsi, en utilisant cette méthode, il est possible de mieux comprendre le comportement des composites à base de fibres végétales et de prévoir leur performance.

Durant leur cycle de vie, les structures composites peuvent être soumises à des impacts accidentels liés à des chutes d'objets, des collisions ou des éclats de débris. Il est donc essentiel d'évaluer la capacité de ces composites biosourcés à absorber l'énergie transmise par un choc et à limiter l'étendue des dommages occasionnés. Le comportement à l'impact déterminera leur utilisation future dans des secteurs comme l'automobile, l'aéronautique ou le sport, où la résistance aux chocs peut avoir un effet néfaste.

Dans ce chapitre, nous nous focalisons sur l'étude expérimentale du comportement à l'impact de composites. Des essais sont réalisés à l'aide d'une tour de chute instrumentée permettant de faire varier précisément le niveau d'énergie transmis et d'acquérir la force d'impact en fonction du déplacement. Une analyse détaillée des mécanismes d'endommagement est effectuée grâce à des observations microscopiques des échantillons impactés. Le travail présenté dans ce chapitre consiste à corréler les dommages générés avec les différents paramètres expérimentaux mesurés, tels que l'énergie absorbée, la force maximale et le déplacement. L'objectif est d'apporter une meilleure compréhension des processus complexes d'initiation et de propagation des défauts sous impact dans ces types de composites hétérogènes et anisotropes avec ou sans couches viscoélastiques.

Cette investigation approfondie du comportement à l'impact doit fournir des connaissances précieuses pour orienter les futures stratégies d'optimisation. L'amélioration de l'absorption

d'énergie et de la résistance aux chocs permettra d'élargir les domaines d'application prometteurs de ces composites respectueux de l'environnement.

## 5.2. Procédure expérimentale

Les essais d'impact à basses vitesses et énergies sont exécutés au moyen d'une tour de chute IMATEK-IM-10HV, munie d'un capteur de force d'une capacité de 30 kN, comme illustré dans la Figure 5-1. L'indentation est réalisée au moyen d'un impacteur de forme hémisphérique d'un diamètre de 20 mm. Ces essais sont effectués à l'ESTACA Laval, offrant un cadre idéal pour des tests de précision et de qualité. La mesure du déplacement de cet impacteur est effectuée à l'aide d'un capteur laser. Pour assurer l'encastrement de l'éprouvette, un dispositif de serrage circulaire d'un diamètre de 40 mm est utilisé. Les éprouvettes soumises à ces essais sont de dimensions 60 x 60 x 5 mm<sup>3</sup>. Ces dimensions d'éprouvettes standardisées permettent d'étudier les résultats expérimentaux et facilitent la comparaison entre différents empilements de composites. Les essais sont conduits à différents niveaux d'énergie, à savoir 2, 5, 10, 15 et 20 Joules, afin d'évaluer les performances des composites dans des conditions d'impact variées. Quatre éprouvettes au moins sont testées par matériau (7 matériaux) et par niveau d'énergie. Une centaine d'essais sont réalisés à température ambiante, garantissant ainsi des résultats représentatifs des applications réelles. Cette méthodologie rigoureuse offre une approche systématique pour évaluer la résistance à l'impact des composites, en prenant en compte divers niveaux d'énergie et en assurant des conditions expérimentales constantes.

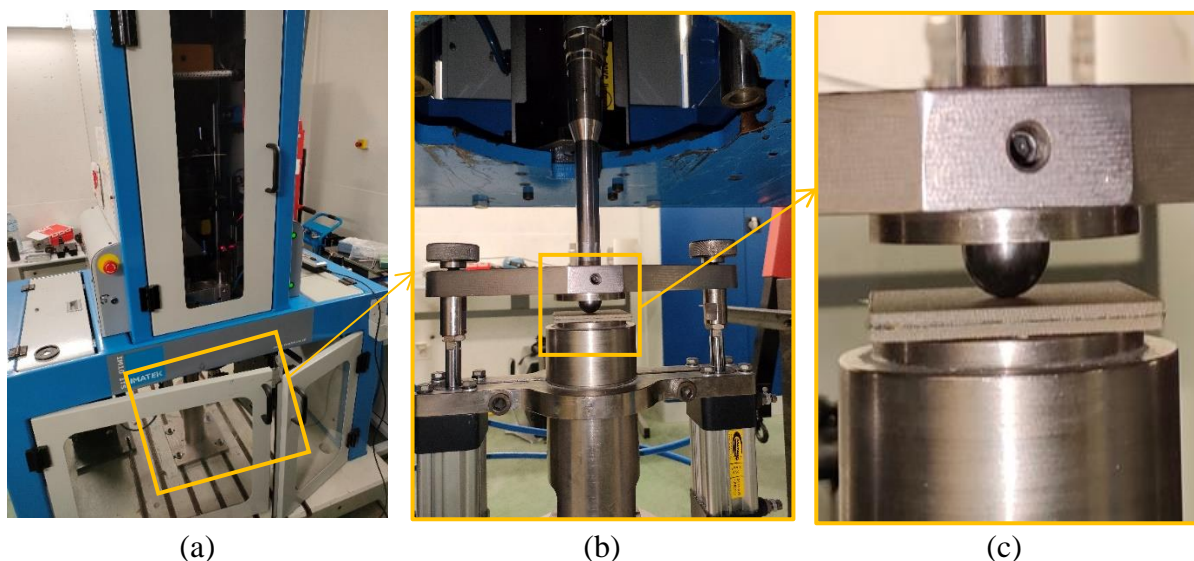


Figure 5-1: Tour de chute : a) vue d'ensemble, b) impacteur et c) échantillon.

### **5.3. Endommagements externes et internes des composites soumis à l'impact**

#### **5.3.1. Endommagements externes**

Une méthode plus approfondie pour analyser l'endommagement externe des composites consiste à examiner les deux faces du composite, celle qui a subi l'impact et celle qui lui est opposée. Cette méthode est utilisée dans de nombreuses études antérieures, rapportées dans diverses publications, qui emploient différentes techniques pour caractériser la surface endommagée[147]. Ces études ont montré que la face impactée présente généralement une indentation permanente, dont la taille augmente avec l'énergie d'impact. Il a été constaté une zone circulaire d'endommagement visible qui est due à la forme hémisphérique de la tête de l'impacteur, comme le confirment les travaux de Caprino et al. et De Vasconcelloset al. [148,149]. Cette analyse permet de mieux comprendre la nature et l'ampleur des dommages causés par l'impact, et d'améliorer la connaissance du comportement du composite sous des sollicitations externes. La caractérisation de la surface impactée est donc essentielle pour évaluer les performances et les limites du matériau face à des contraintes externes.

Une analyse plus approfondie de l'endommagement des composites soumis à des impacts à faible énergie est présentée, à titre d'exemple, dans la Figure 5-2. Nous observons que la face avant des éprouvettes présente des fissures orientées à  $\pm 45^\circ$ . La longueur des fissures augmente avec l'énergie d'impact. Ce type d'endommagement, qui implique des fissurations matricielles et de décohésion inter-ply suivant les fils et formant une croix, est typique des composites.

Nous avons également examiné l'état de la face arrière des éprouvettes, qui peut indiquer le niveau de résistance du composite à l'impact. Toutefois, il n'existe pas de méthode normalisée pour évaluer cette surface, et différentes approches sont proposées dans la littérature pour quantifier l'endommagement. Nous avons choisi de mesurer l'aire endommagée à partir de photos de la face arrière, en considérant une surface circulaire ou elliptique qui englobe tout l'endommagement externe visible. Nous avons constaté que pour une énergie d'impact de 2 J, il n'y a pratiquement pas d'endommagement, sauf une légère marque sur la face avant. Pour une énergie de 5 J, la marque sur la face avant devient plus nette, et un cercle d'endommagement apparaît sur la face d'impact. Pour une énergie de 10 J, l'endommagement devient plus important, et s'étend en profondeur dans l'éprouvette jusqu'à atteindre la face arrière, surtout dans les composites CVC<sub>2</sub>, CVCVC<sub>1</sub>, CVCVC<sub>1.5</sub> et CVCVC<sub>2</sub>. Pour une énergie de 15 J, tous les échantillons sont fortement endommagés, et certains sont perforés. Pour une énergie de 20 J, tous les échantillons sont perforés, sauf le composite CVCVC<sub>2</sub> (avec deux

couches viscoélastiques d'épaisseurs 2 mm), qui présente néanmoins des dommages considérables sur les deux faces.

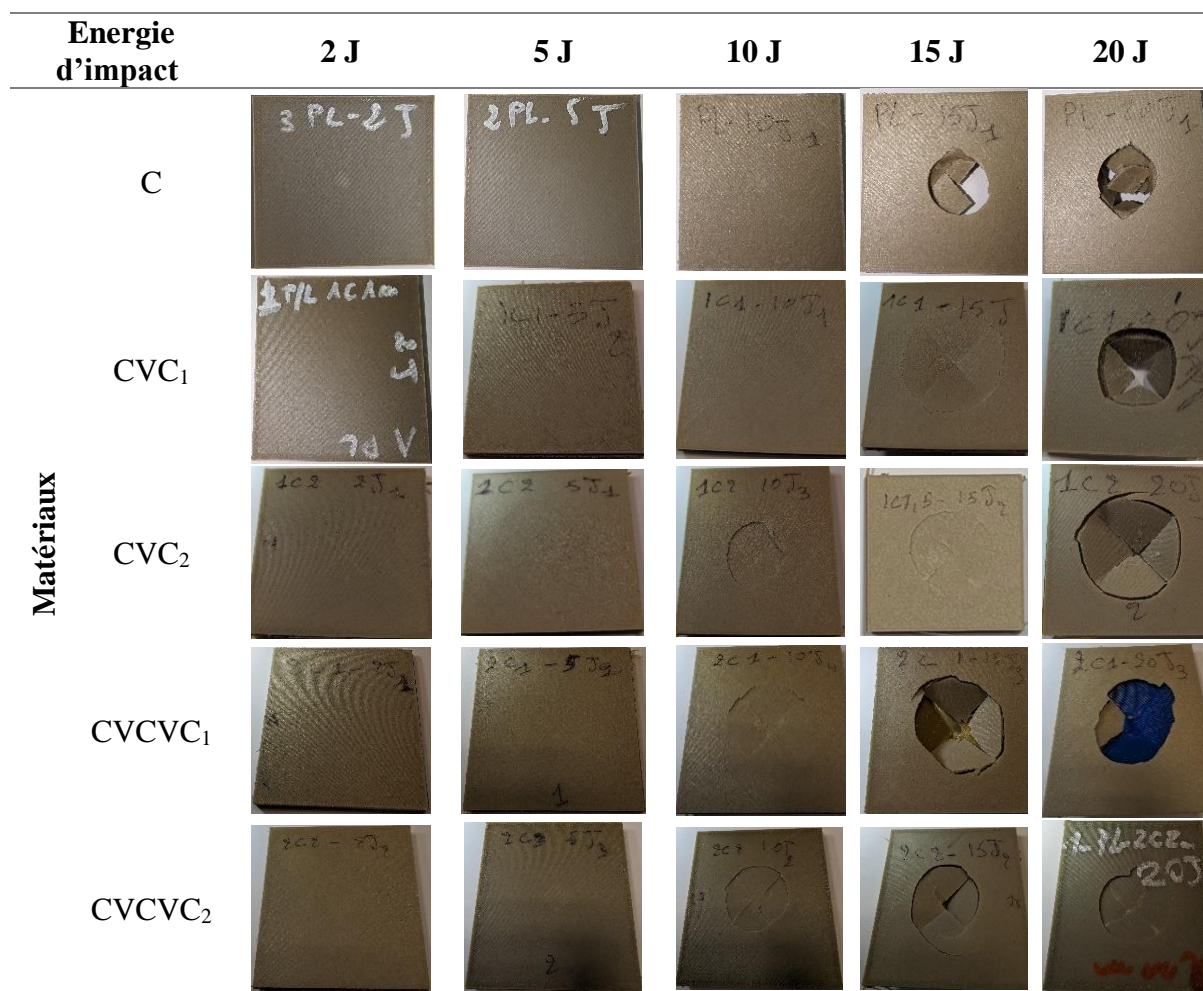


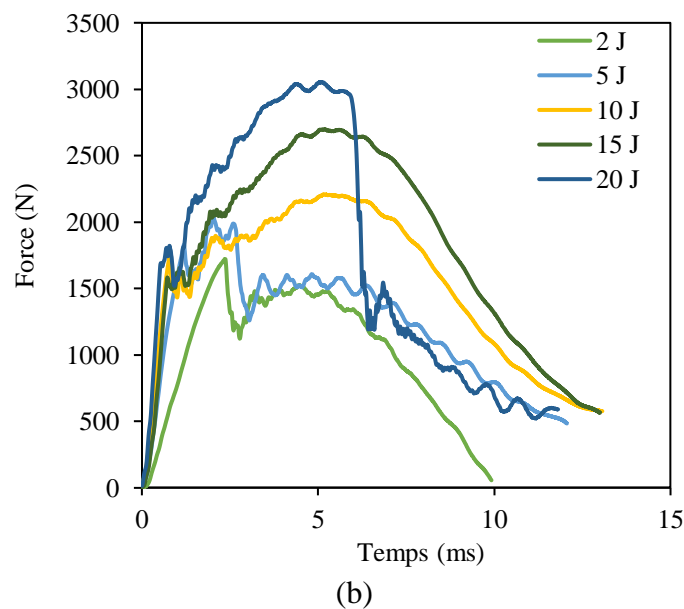
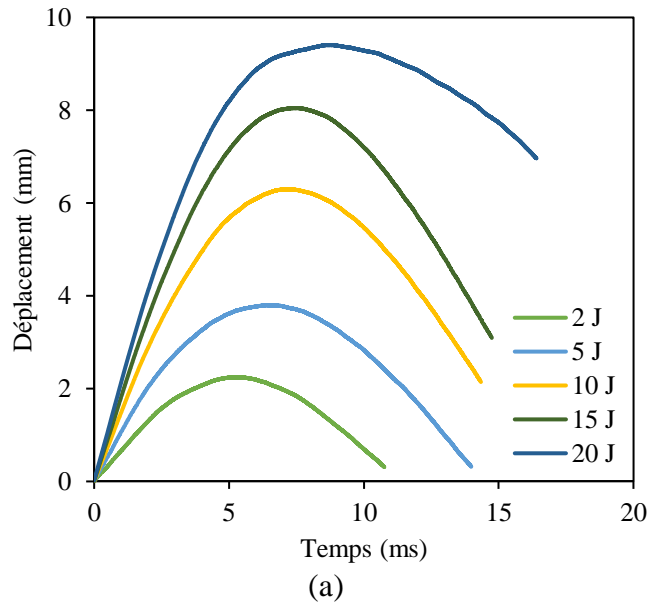
Figure 5-2: Face impactée des composites impactés sous différentes énergies.

### 5.3.2. Influence de l'énergie d'impact

L'influence de l'énergie d'impact sur le comportement des composites est illustrée à la Figure 5-3, dans le cas du composite (C). Cette figure montre l'évolution du déplacement de l'indenteur en fonction du temps (a), de la charge appliquée en fonction du temps (b), de la charge en fonction du déplacement (c) et des principales grandeurs caractéristiques de l'essai (d). L'analyse des résultats obtenus révèle deux phases distinctes : une phase croissante correspondant à la pénétration de l'impacteur et à une éventuelle déformation en flexion, et une phase décroissante représentant le retour élastique. Ces phases sont visibles sur les courbes charge/déplacement, où l'on observe, après une augmentation linéaire de la charge, des décrochements plus prononcés pour les niveaux d'énergie élevés, potentiellement liés à l'apparition ou à la propagation des mécanismes d'endommagement. Les paramètres clés

incluent  $F_{\max}$  (force maximale, caractérisant la décélération de la charge),  $D_{\max}$  (déplacement maximal), et  $D_r$  (déplacement résiduel). L'analyse énergétique implique  $E_i$  (énergie potentielle maximale, aire sous la courbe de chargement),  $E_{\text{éla}}$  (énergie élastique restituée, aire sous la courbe de décharge), et  $E_a$  (énergie absorbée, différence entre  $E_i$  et  $E_{\text{éla}}$ ), calculables par la méthode des trapèzes, permettant d'évaluer la capacité du matériau à absorber ou à restituer l'énergie de l'impacteur.

$$E_i = E_{\text{éla}} + E_a \quad (5.1)$$



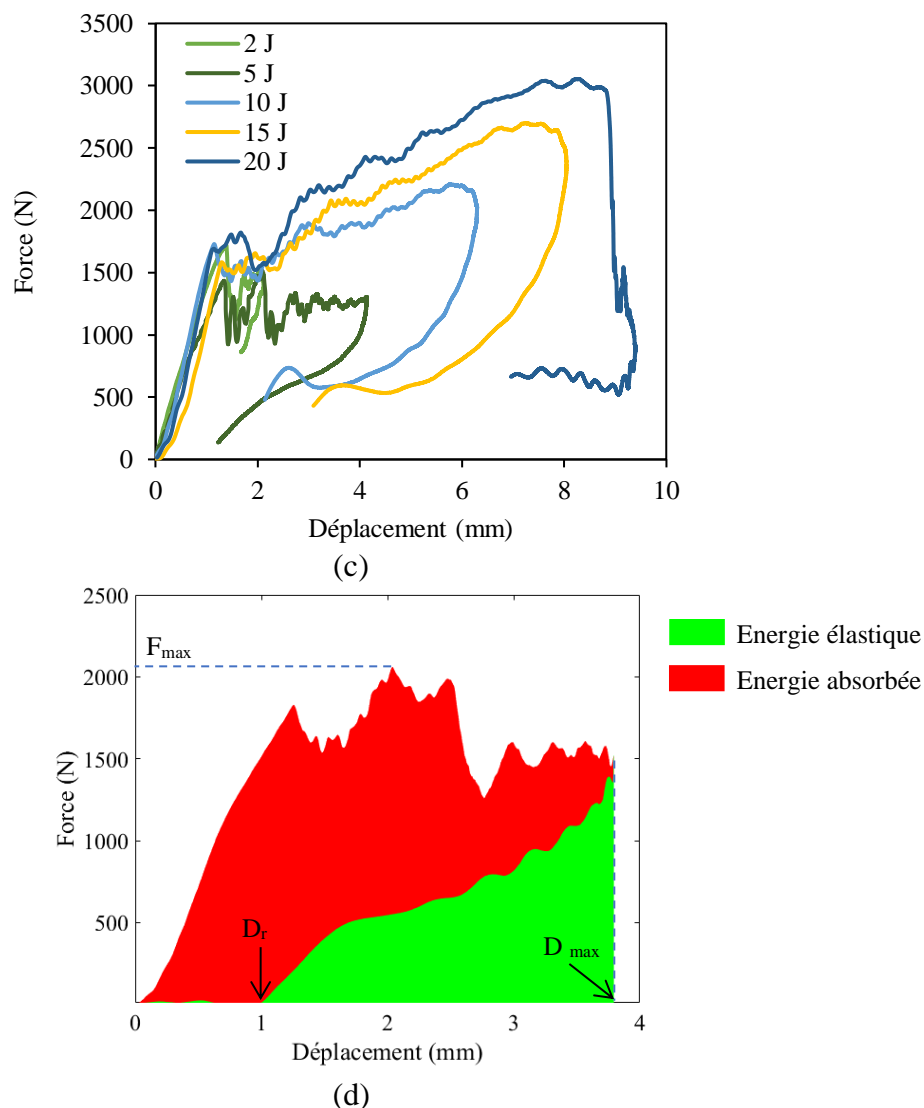


Figure 5-3: Résultats caractéristiques de l'influence de l'énergie d'impact : a) courbes déplacement/temps, b) courbes force/temps, c) courbes force/déplacement et d) les principales grandeurs caractéristiques d'un essai.

La Figure 5-4 présente les résultats d'essais d'impact des différents matériaux et à différentes énergies. L'analyse des données de la force maximale ( $F_{max}$ ) mesurée lors des impacts à différents niveaux d'énergie de l'ensemble des matériaux (Figure 5-4-a) met en lumière plusieurs tendances significatives. Tout d'abord, le composite de C présente la force maximale la plus élevée dans la plupart des cas, illustrant ainsi une robustesse intrinsèque du composite Lin/PLA face aux impacts. Cependant, les composites dotés de couches viscoélastiques avec l'empilement (CVC et CVCVC) affichent des performances variables en fonction de l'épaisseur de la couche et de l'énergie d'impact.

Le Figure 5-4-b présente le déplacement maximal de l'impacteur ( $D_{max}$ ) en fonction de l'énergie d'impact ( $E_i$ ) des composites testés. Ce déplacement maximal correspond à la déformation maximale atteinte pendant l'impact. Les matériaux composites avec des couches

viscoélastiques affichent des déplacements maximaux plus élevés que le composite C pour la plupart des niveaux d'énergie d'impact. Ceci s'explique par le caractère absorbant des couches viscoélastiques qui dissipent une partie de l'énergie d'impact, réduisant ainsi la force de réaction exercée sur l'impacteur et lui permettant de pénétrer plus profondément avant de s'arrêter. En outre, les composites à doubles couches viscoélastiques ( $CVCVC_t$ ) présentent des déplacements maximums encore supérieurs aux composites à une seule couche ( $CVC_t$ ), témoignant d'un effet d'amortissement et de dissipation d'énergie plus important. Une exception notable est observée pour l'énergie d'impact à 20J où le composite C affiche un déplacement maximal supérieur à celui de certains composites avec couches viscoélastiques ( $CVC$  et  $CVCVC$ ), pouvant indiquer une perforation de l'éprouvette. Les variations observées soulignent la complexité des interactions entre l'énergie d'impact, l'épaisseur de la couche et la composition du matériau. Pour cette raison, une analyse énergétique approfondie doit être effectuée. Ainsi, la Figure 5-4-c, donne l'énergie absorbée ( $E_a$ ) des différents composites et pour différents niveaux d'énergie d'impact. L'énergie absorbée augmente continuellement avec l'augmentation de l'énergie d'impact ( $E_i$ ). Ce résultat est cohérent puisque le composite doit dissiper une quantité accrue d'énergie pour atténuer un impact plus fort. Des disparités significatives sont notables dans l'énergie absorbée entre les composites, surtout à des niveaux d'énergie d'impact élevés. Concernant le composite Lin/PLA (C) de base, il absorbe généralement moins d'énergie que les composites avec des couches viscoélastiques, montrant ainsi l'importance de ces couches dans l'absorption d'énergie. L'influence de la couche viscoélastique se manifeste aussi par une tendance à l'augmentation de l'énergie absorbée avec l'augmentation de l'épaisseur de cette couche ( $E_a(CVC_1) < E_a(CVC_{1.5}) < E_a(CVC_2)$ ) pour la plupart des niveaux d'énergie d'impact. Les couches viscoélastiques dissipent l'énergie sous forme de chaleur en se déformant, réduisant ainsi l'énergie transmise au composite Lin/PLA. Les composites avec deux couches viscoélastiques ( $CVCVC_i$ ), absorbent une quantité d'énergie légèrement supérieure ou similaire à celle des composites avec une seule couche ( $CVC_i$ ) pour la plupart des niveaux d'énergie d'impact. Malgré quelques exceptions, leur efficacité dans l'absorption d'énergie est confirmée, bien que des interactions spécifiques entre les couches puissent influencer les résultats dans certains cas. Dans la Figure 5-4-d est reportée l'énergie élastique ( $E_{ela}$ ) des différents composites et pour différents niveaux d'énergie d'impact ( $E_i$ ). Il est à noter que le composite C se caractérise généralement par une énergie élastique supérieure à celle des composites avec couches viscoélastiques pour la plupart des niveaux d'énergie d'impact. Cette observation montre que les couches viscoélastiques dissipent une part de l'énergie qui aurait autrement été restituée élastiquement par le composite Lin/PLA.

L'influence de l'épaisseur de la couche viscoélastique se traduit par la diminution de l'énergie élastique ( $E_{ela}$ ) avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche viscoélastique ( $E_{ela}(CVC_1) > E_{ela}(CVC_{1.5}) > E_{ela}(CVC_2)$ ) pour la majorité des niveaux d'énergie d'impact.

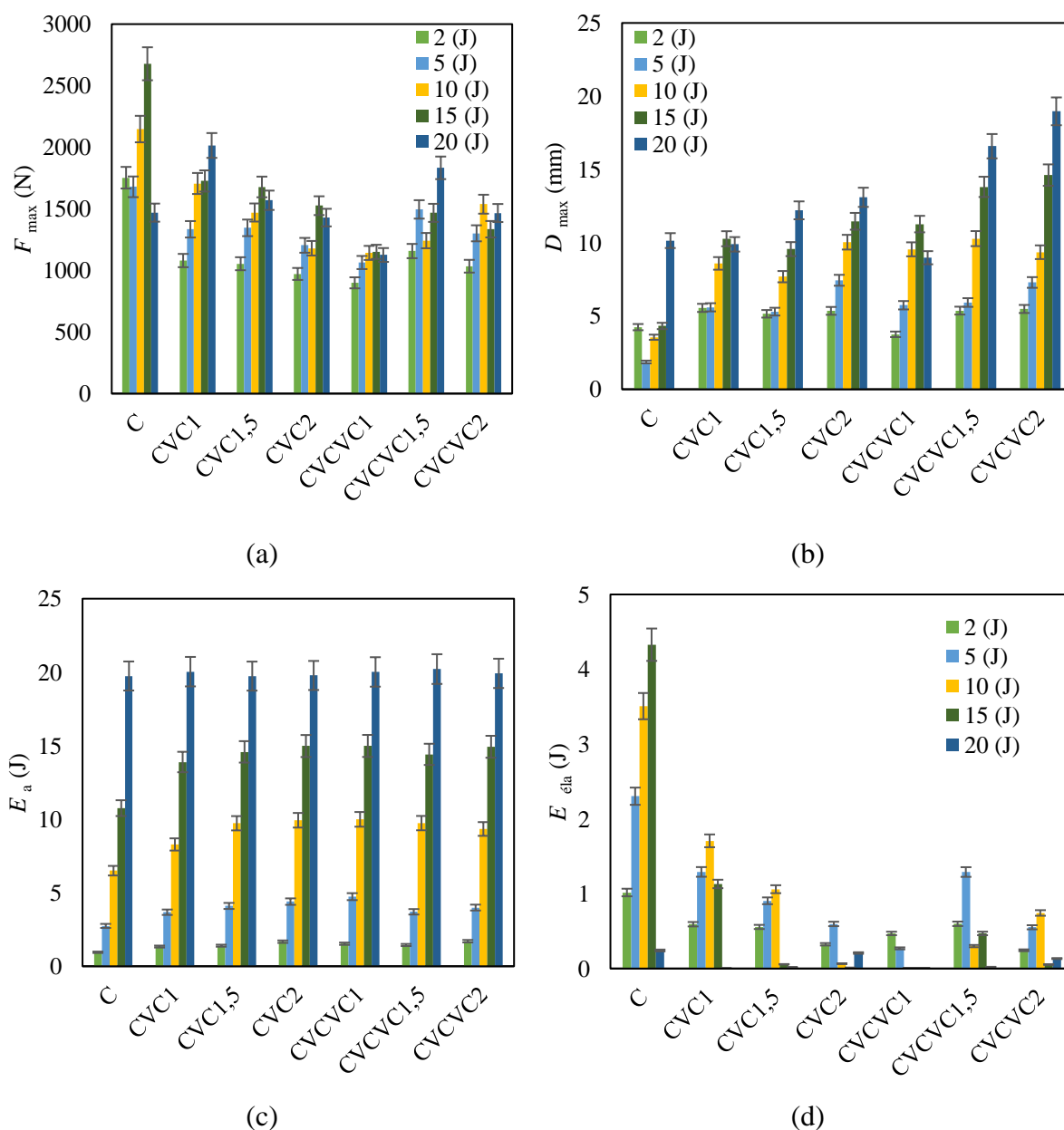


Figure 5-4. Evolution des différentes grandeurs caractéristiques d'un essai d'impact : a) force maximale, b) déplacement maximale, c) énergie absorbée et d) énergie élastique.

Les couches viscoélastiques absorbent ainsi une partie de l'énergie qui aurait pu être stockée sous forme élastique dans le composite. Les composites avec deux couches viscoélastiques ( $CVCVC_i$ ), présentent une quantité d'énergie élastique légèrement inférieure à celle des composites avec une seule couche ( $CVC_i$ ), pour la plupart des niveaux d'énergie d'impact. Ce constat confirme l'effet dissipatif accru de couches viscoélastiques double sur l'énergie de



déformation élastique. Quelques exceptions sont à noter, telles que CVCVC<sub>1.5</sub> présentant une énergie élastique supérieure à celle de CVC<sub>1.5</sub> à 5J. Il est possible qu'avec cette épaisseur spécifique et à ce taux d'énergie d'impact, l'interaction entre les couches favorise une restitution élastique partielle.

Ainsi, ces résultats montrent que l'ajout de couches viscoélastiques améliore significativement l'absorption d'énergie à l'impact. En effet, les couches viscoélastiques ont la capacité de dissiper l'énergie sous forme de chaleur par des mécanismes de frottement interne et de relaxation des contraintes. L'ajout de couches viscoélastiques a une influence également sur les déplacements (maximal et résiduel) des structures à l'impact. Nous avons observé que le déplacement maximal augmente avec l'ajout de couches viscoélastiques, ce qui signifie que ces couches réduisent la rigidité de la structure et renforcent sa déformabilité. Il a été mesuré aussi le déplacement résiduel qui correspond à la déformation non linéaire après relâchement de la charge. Nous avons noté que le déplacement résiduel diminue dans la plupart des cas grâce aux couches viscoélastiques, indiquant que ces couches favorisent la récupération élastique de la structure après impact.

### **5.3.3. Endommagements internes**

Une méthode couramment utilisée pour étudier l'endommagement interne des matériaux composites est la microscopie dans l'épaisseur. Cette technique consiste à prélever des échantillons du composite et à les observer au microscope après avoir réalisé des coupes transversales. Les sections obtenues sont ensuite observées au microscope, permettant d'identifier et d'analyser les différentes formes de dommages internes. Cette méthode permet de visualiser les différents types de dommages qui peuvent se produire dans un matériau composite, tels que les délaminages, qui sont des séparations entre les couches, la décohésion de l'interface entre les fibres et la matrice, qui sont les deux constituants principaux du composite, les fissures dans la matrice, qui est le matériau liant les fibres.

La microscopie dans l'épaisseur révèle que l'endommagement interne d'un matériau composite suite à un impact présente une forme conique, comme le montre la Figure 5-5. La zone endommagée s'élargit progressivement depuis la face du matériau qui a reçu l'impact jusqu'à la face inférieure. Cette méthode permet donc d'obtenir une image détaillée des mécanismes d'endommagement internes et de caractériser leur influence sur les propriétés du matériau. La connaissance de ces dommages internes est indispensable pour concevoir des structures en matériaux composites résistantes et durables face aux sollicitations externes.

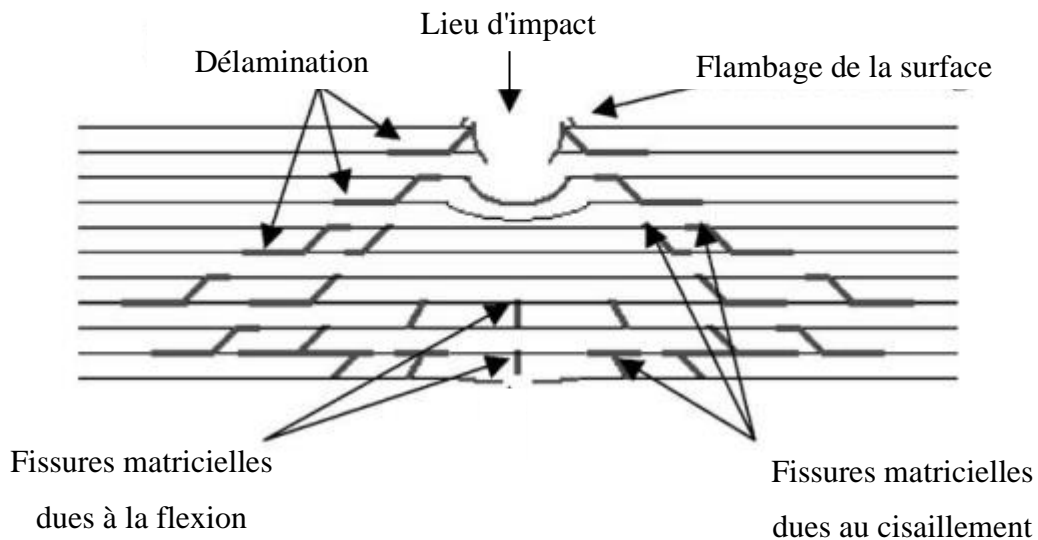


Figure 5-5: Schématisation du mode d'endommagement d'impact caractéristique dans les composites [150].

## 5.4. Procédure de préparation des échantillons

### 5.4.1. Protocole de l'enrobage

L'enrobage des échantillons composites constitue une étape cruciale dans la préparation des surfaces d'observation. Après avoir nettoyé les moules en téflon et enduit leurs surfaces de cire, les échantillons sont positionnés verticalement et maintenus en place à l'aide de clips. Un mélange de résine en poudre et de catalyseur liquide est ensuite préparé sous une hotte aspirante en prenant les précautions de sécurité nécessaires. Ce mélange est versé dans les moules pour les remplir complètement, puis mis sous pression de 2 bars pendant 10 à 15 minutes dans une cocotte. Après démoulage, les échantillons enrobés ont été numérotés et placés dans une étuve pour permettre l'achèvement de la polymérisation de l'enrobage (Figure 5-6).

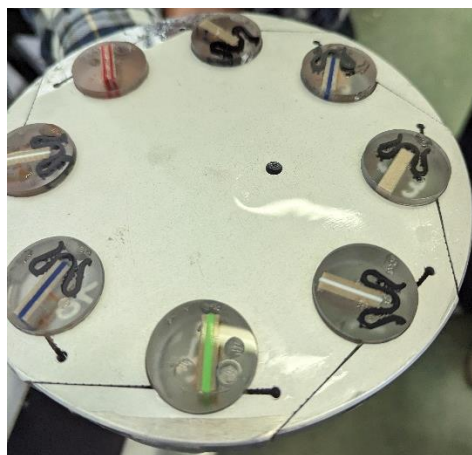


Figure 5-6. Echantillons enrobés.

#### 5.4.2. Protocole de polissage

Le polissage des échantillons enrobés est réalisé à l'aide d'une polisseuse automatique ESCIL permettant un polissage uniforme sur un lot de huit échantillons. Après avoir fixé le porte-échantillon sur le plateau rotatif, une succession de polissages a été effectuée avec des papiers abrasifs. Un premier polissage à l'eau avec un papier 320 a permis d'éliminer l'excédent de résine. Les échantillons ont ensuite été polis successivement avec des papiers de grains 600, 800, 1200, 2500 et 4000, en ajustant les paramètres de pression, vitesses de rotation et de durée. Les dernières étapes ont consisté à polir les surfaces avec des disques enduits de suspensions diamantées avec des tailles de grains décroissants  $6\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$ . Ce protocole rigoureux a permis d'obtenir un polissage de haute qualité, condition nécessaire aux observations microscopiques projetées.

#### 5.5. Observation à l'échelle mésoscopique

L'observation permet de voir les fibres courtes de Lin dans la matrice de PLA. Les interstices triangulaires, observables entre chaque passage de la tête d'impression lors du dépôt de la matière, sont également des éléments importants à considérer (Figure 5-7). Ces interstices mesurant environ 70 micromètres, sont des points de fragilité potentiels car ils représentent des discontinuités. Leur taille est comparable à celle des microfissures sous contrainte qui peuvent faciliter la propagation des fissures lors des tests d'impact et diminuer la résistance de rupture des éprouvettes. Ces caractéristiques auraient des implications significatives dans l'analyse des résultats des tests d'impacts

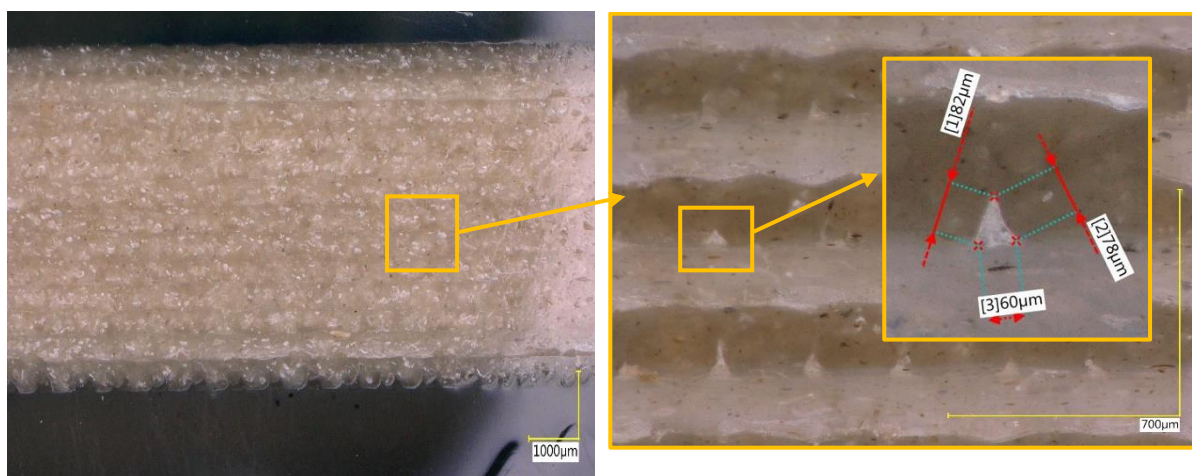


Figure 5-7: Echantillon de composite C non impacté.

Les fissures peuvent se propager plus facilement le long des interstices triangulaires, ce qui peut favoriser une rupture prématurée des éprouvettes. Il est donc crucial de prendre en compte

ces aspects lors de l'interprétation des observations sur le comportement à l'impact de ces composites.

La Figure 5-8 présente l'interface composite Lin/PLA et couche viscoélastique d'un échantillon non testé. Le composite Lin/PLA présente une structure hétérogène avec des fibres de Lin dispersées dans la matrice du PLA. La couche inférieure, de couleur verte, est une couche viscoélastique, caractérisée par sa flexibilité et sa capacité à dissiper l'énergie mécanique. L'interface entre ces deux couches est d'une importance capitale pour assurer la performance et la fiabilité du composite. Une bonne adhérence entre les deux couches du composites favorise une répartition homogène des contraintes et prévient les décollements ou les fissures. L'observation de l'interface révèle plusieurs aspects essentiels. Premièrement, l'interface apparaît relativement nette et régulière, sans ondulations ou irrégularités majeures, suggérant ainsi une bonne adhésion entre caoutchouc et composite. De plus, l'épaisseur de l'interface semble être relativement fine, ce qui est bénéfique pour minimiser les effets d'hétérogénéité et maximiser la transmission des contraintes entre les couches. En outre, le contact entre les deux composites semble complet, sans espaces ou lacunes visibles, indiquant une bonne cohésion entre les couches.

La réussite de l'homogénéisation et de la fusion des deux matériaux (couche viscoélastique et composites) dépend de différents facteurs. Tout d'abord, la compatibilité chimique entre les composites est essentielle pour permettre une bonne adhésion et une diffusion moléculaire au niveau de l'interface. Plusieurs facteurs peuvent affecter l'intégrité de l'interface au fil du temps.

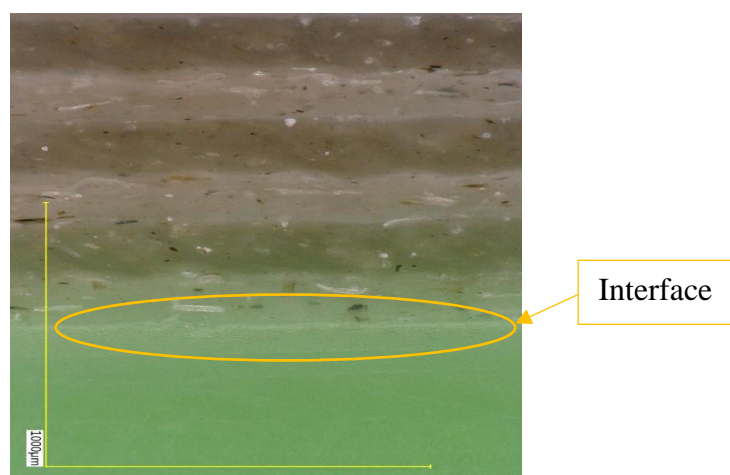


Figure 5-8: Interface composite Lin/PLA et couche viscoélastique non impacté.

Le retrait différentiel des composites lors du refroidissement peut créer des contraintes de cisaillement au niveau de l'interface, entraînant des décollements. De plus, la présence de contaminants ou l'exposition à des environnements agressifs peuvent compromettre l'adhérence

entre les deux composites et affecter la durabilité de l'interface. Suite à l'observation initiale, une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement est menée sur des éprouvettes soumises à des impacts de différents niveaux d'énergies. Cette analyse porte sur l'influence de l'empilement des couches viscoélastiques (nombre et épaisseur) et de la puissance de l'impact. La puissance d'impact varie entre 10J et 15J. Cependant, pour certaines séquences d'empilement de couches viscoélastiques, les observations n'étaient pas concluantes. En conséquence, seuls les éprouvettes soumises à 10J voire à 5J dans certains cas sont observées. La Figure 5-9 présente une éprouvette en composite CVC<sub>2</sub> impactée avec une énergie de 5 J. On observe une propagation transversale de la fissure à travers les plis de Lin/PLA et une décohésion entre la couche de Lin/PLA et la couche viscoélastique en face de la fissure.

Le moment de l'apparition de la décohésion est sujet à deux scénarios possibles :

- Dans le scénario 1, la décohésion se produit de manière concomitante à la fin de la propagation transversale de la fissure, suggérant une contrainte critique de cisaillement entre les couches,
- Dans le scénario 2, la décohésion peut intervenir après que la fissure ait atteint sa limite transversale, potentiellement due à des effets de relaxation des contraintes ou à une propagation progressive de la décohésion le long de la fissure.

L'analyse de cette figure révèle que la décohésion se produit au niveau de la fissure transversale, précisément à l'emplacement où la concentration de contraintes atteint son maximum. Ce phénomène est cohérent avec la nature fragile de la rupture, qui survient lorsque la résistance à la décohésion du composite est dépassée. La décohésion entre la couche de Lin/PLA et la couche viscoélastique peut avoir plusieurs impacts notamment :

- Modification de la distribution des contraintes influençant la propagation future de la fissure et le mode de rupture final,
- Réduction de la rigidité globale de l'éprouvette affectant potentiellement sa performance mécanique sous d'autres sollicitations,
- Changement du comportement mécanique de l'éprouvette la rendant plus fragile ou plus ductile selon les conditions.

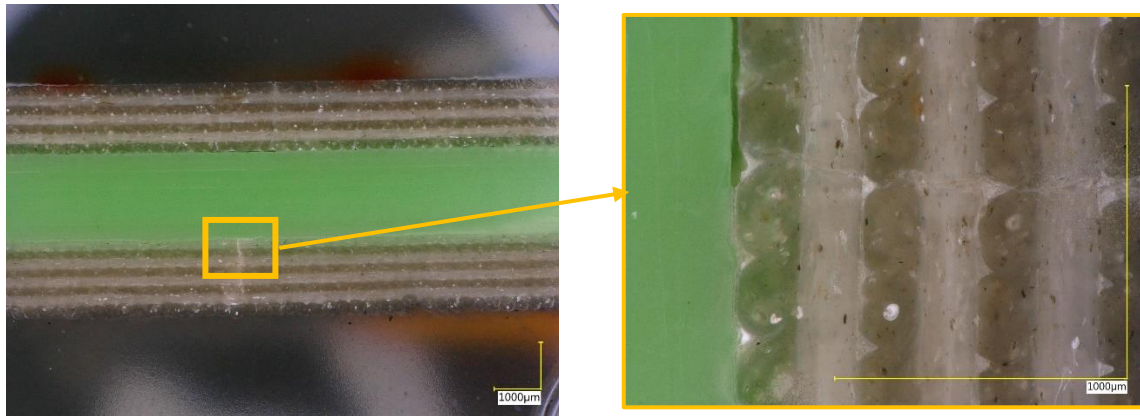


Figure 5-9: Echantillon de composite CVC<sub>2</sub> impacté à 5J.

La Figure 5-10 illustre les résultats obtenus sur les éprouvettes sans couche viscoélastique soumises à un impact de 10J. Cette figure confirme l'hypothèse d'une propagation des fissures le long des interstices. En effet, comme le montre cette figure, la fissure suit précisément les interstices, ce qui démontre l'impact significatif sur la résistance des éprouvettes. De plus, elle révèle une déformation au niveau de la partie supérieure de l'éprouvette consécutivement à l'impact avec l'impacteur. Cette déformation se traduit par des ondulations qui se propagent tout au long des couches inférieures. L'analyse des images révèle des dommages internes importants dans le composite C, malgré l'apparence discrète des dégâts sur la Figure 5-2 pour un impact à 10 J.

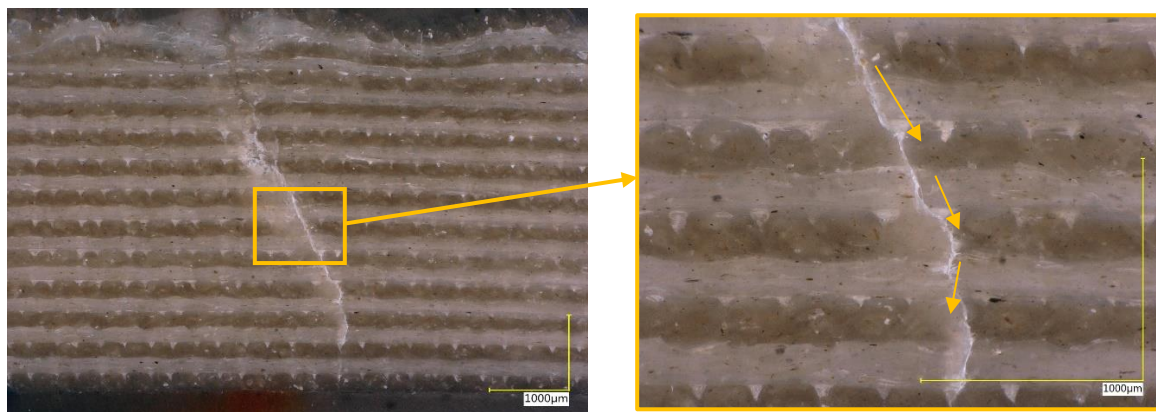


Figure 5-10: Echantillon de composite C testé à 10 J

La Figure 5-11 présente la propagation d'une fissure dans un échantillon composite CVC<sub>1</sub> impacté à 10 J. Cette analyse révèle plusieurs points importants : d'abord, le mode de propagation, la fissure se développe principalement en mode I avec les lèvres de la fissure qui s'écartent sous tension. Cette fissure se propage de la surface d'impact et elle s'arrête au niveau de la couche viscoélastique. À l'approche de la couche viscoélastique, une légère déviation de

la fissure peut être observée, probablement due à des changements du niveau des contraintes ou de propriétés mécaniques. Le phénomène d'endommagement par cisaillement se manifeste par des lignes obliques dans les couches de Lin/PLA, indiquant un glissement relatif des couches le long de la fissure. Ce type d'endommagement peut fragiliser la structure du composite et entraîner une rupture prématurée. La couche viscoélastique semble ralentir la propagation de la fissure, avec une extension moindre de la fissure dans cette couche par rapport aux couches de Lin/PLA. Ce ralentissement a déviation de propagation de propagation peut être attribué à la capacité de la couche viscoélastique à absorber l'énergie de la fissure et à dévier son chemin, contribuant ainsi à améliorer la résistance à la fracture du composite. Cette analyse souligne l'importance de la couche viscoélastique en tant que couche d'arrêt pour prévenir la propagation de la fissure vers la structure interne du composite. Le choix du matériau et de l'épaisseur de cette couche dépend des exigences spécifiques de l'application, telles que les contraintes mécaniques anticipées ainsi que le niveau de protection souhaité.

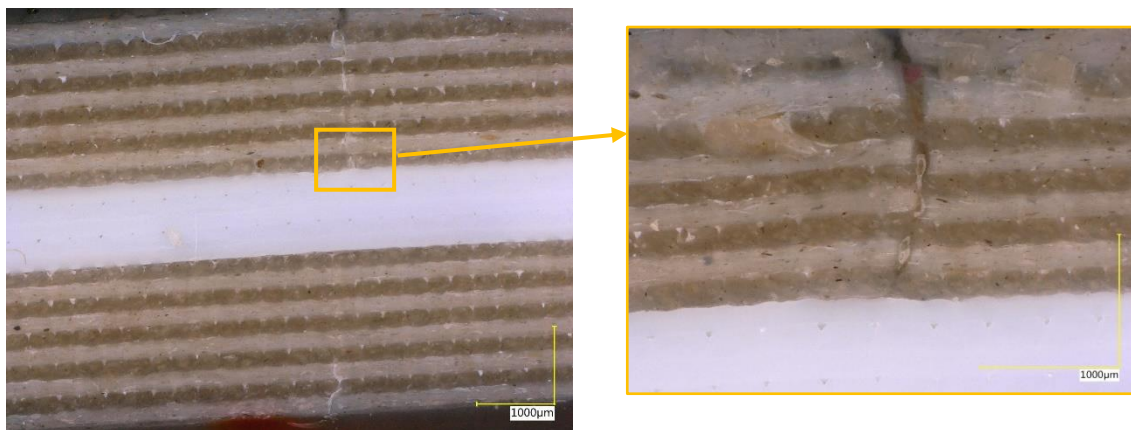


Figure 5-11: Echantillon de composite CVC<sub>1</sub> testé à 10 J.

Les Figure 5-12 et Figure 5-13 présentent les mécanismes d'endommagement observés dans deux composites de même épaisseur de la couche viscoélastique et de séquences d'empilement différentes (CVCVC<sub>2</sub> et CVC<sub>2</sub>), soumis à une même énergie d'impact de 15 J. Cette comparaison met en évidence les disparités de comportement à l'impact entre ces composites. Dans le cas du composite CVCVC<sub>2</sub> (Figure 5-12), on remarque des décohésions multiples à l'interface supérieure entre le composite Lin/PLA et les deux couches viscoélastiques. Cette observation montre une défaillance de l'adhésion entre les couches sous l'effet des contraintes d'impact. De plus, la fissure transversale dans le Lin/PLA ne semble pas atteindre la couche viscoélastique inférieure, indiquant une absorption efficace de l'énergie de l'impact et une

limitation de la propagation de la fissure. Bien que les plis du Lin/PLA soient déformés et cisailés, cette déformation ne se propage pas jusqu'à la couche viscoélastique inférieure.

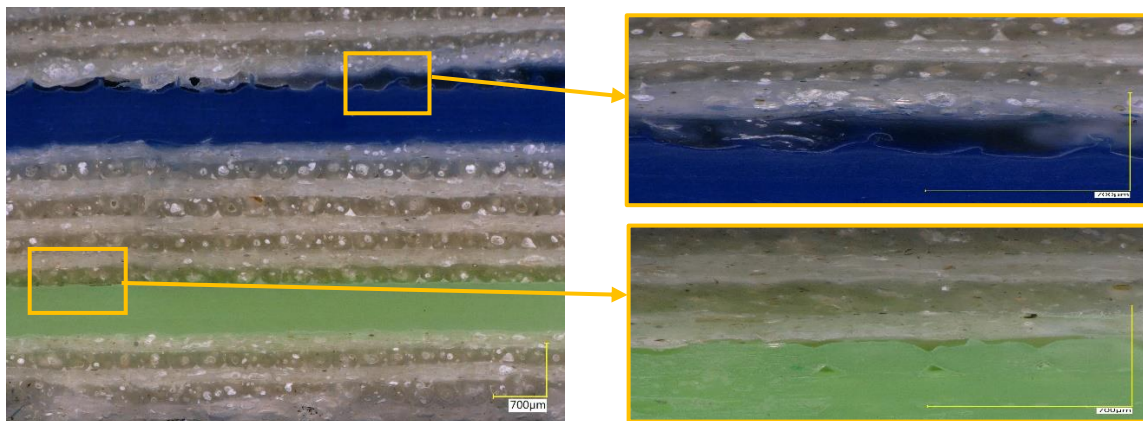


Figure 5-12: Echantillon de composite CVCVC<sub>2</sub> impacté à 15 J.

En revanche, pour le CVC<sub>2</sub> (Figure 5-13), une décohésion localisée se produit au niveau des deux plis du Lin/PLA, suggérant une adhésion plus forte entre les couches dans ce cas, avec une défaillance concentrée sur des zones de faiblesse locales. La fissure transversale dans le Lin/PLA atteint la couche viscoélastique, indiquant une absorption d'énergie moins efficace et permettant une propagation plus profonde de la fissure. De plus, les plis du Lin/PLA subissent un cisaillement important, qui se propage jusqu'à la couche viscoélastique, soit une sensibilité accrue au cisaillement du composite C avec une énergie d'impact élevé. En comparant les mécanismes d'endommagement, on constate que dans le composite CVCVC<sub>2</sub>, la décohésion est multiple et répartie sur toute l'interface supérieure, tandis que dans le composite CVC<sub>2</sub>, elle est localisée. De même, la propagation de la fissure est limitée dans le CVCVC<sub>2</sub>, mais étendue jusqu'à la couche viscoélastique dans le CVC<sub>2</sub>. Enfin, le cisaillement des plis est modéré et limité dans le CVCVC<sub>2</sub>, mais important et se propage jusqu'à la couche viscoélastique dans le CVC<sub>2</sub>.

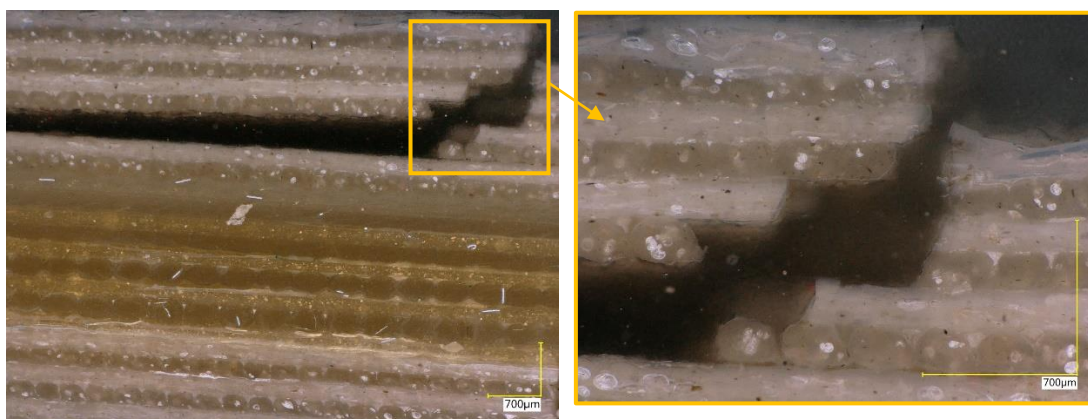


Figure 5-13. Echantillon de composite CVC<sub>2</sub> impacté à 15 J.



Ces différents phénomènes peuvent être expliqués par le nombre de couches viscoélastiques, plus élevé dans le CVCVC<sub>2</sub>, permettant une meilleure absorption de l'énergie d'impact et une limitation de la propagation des fissures. De plus, les propriétés d'adhésion semblent plus fortes dans le CVC<sub>2</sub>, expliquant la décohésion localisée. Enfin, la sensibilité au cisaillement du composite Lin/PLA semble plus prononcée dans le CVC<sub>2</sub>. Cette observation souligne l'importance d'utiliser des techniques d'imagerie avancées pour évaluer l'étendue réelle des dommages dans les matériaux composites. En effet, les dommages internes peuvent être invisibles à l'œil nu, mais peuvent néanmoins compromettre significativement la performance et la sécurité du matériau.

### **5.6. Observation à l'échelle microscopique**

Afin d'approfondir notre compréhension des mécanismes d'endommagement subis par les éprouvettes, nous avons mené des observations microscopiques complémentaires aux analyses macroscopiques. L'installation d'un nouvel objectif sur le microscope a permis d'atteindre un grossissement allant de x100 à x1000, contre x20 à x100 auparavant. Cette augmentation significative du zoom a révélé des détails invisibles à l'échelle macroscopique, offrant une analyse plus précise des phénomènes de dégradation. Les points d'intérêt particuliers de cette observation microscopique étaient la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice, la rupture de fibre et le délaminage.

La Figure 5-14 présente une micrographie d'un échantillon du composite C non impacté, obtenue grâce à une observation microscopique approfondie. Cette micrographie offre une vue plus détaillée de la microstructure du composite, permettant d'identifier clairement les interstices et les fibres de lin. En utilisant le logiciel d'analyse d'image ImageJ [151], nous avons pu estimer le pourcentage de fibres et le taux de porosité du composite avec une précision accrue. Les résultats obtenus sont de  $12\% \pm 1\%$  pour le taux des fibres et  $5\% \pm 1\%$  pour le taux de porosité. Ces estimations précises des proportions des constituants du composite fournissent des informations précieuses sur sa composition et sa structure interne. Le pourcentage de fibres (12%) indique une bonne dispersion des fibres dans la matrice, ce qui est essentiel pour les propriétés mécaniques du composite. Une dispersion homogène permet une distribution uniforme des charges, prévient les points faibles, optimise les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et la rigidité, réduit les tensions internes et améliore l'adhésion fibre/matrice. Cela garantit que chaque fibre contribue efficacement à la performance globale du matériau, renforçant ainsi sa résistance et sa durabilité. Le taux de porosité relativement

faible (5%) met en évidence une bonne cohésion entre les fibres et la matrice, limitant ainsi les défauts et les points potentiellement faibles.

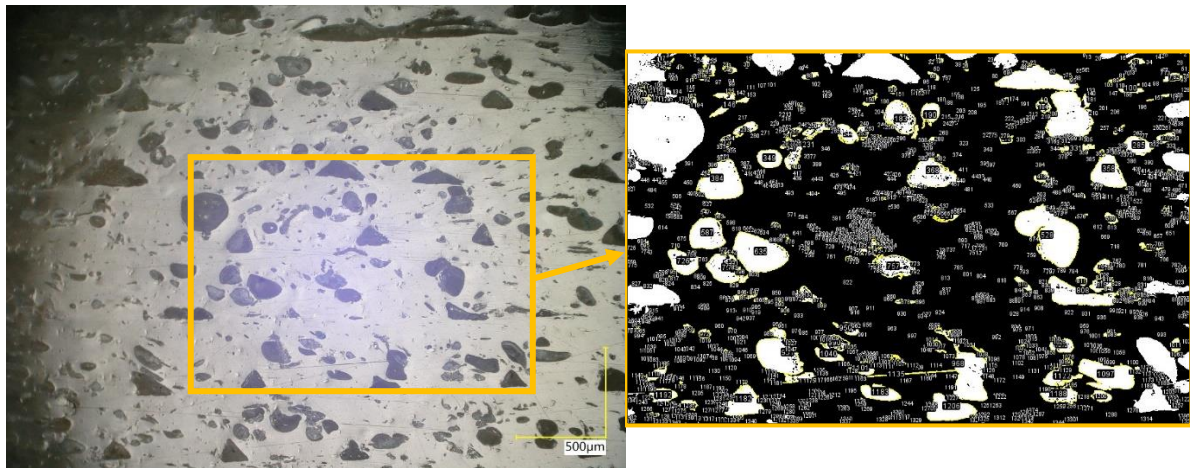


Figure 5-14: Echantillon de composite C non impacté.

La Figure 5-15 présente une micrographie d'un échantillon du composite C après avoir subi un essai d'impact à 5 J. Cette observation microscopique met en lumière les dommages subis par le composite suite à l'application de cet impact. On peut clairement observer sur la micrographie des décohésions entre les différentes couches de Lin/PLA. Ces décohésions se manifestent par des espaces plus importants et plus visibles entre les plis, indiquant une séparation partielle des couches. Ce type de dommage est caractéristique d'une défaillance par délaminage, un mode de rupture fréquent dans les composites.

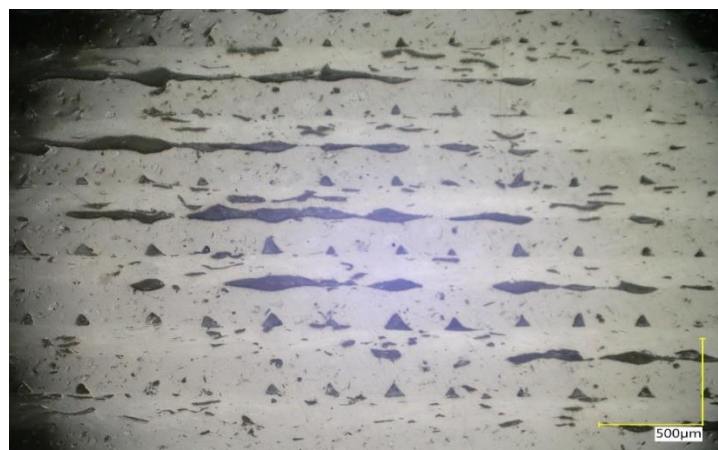


Figure 5-15: Echantillon de composite C impacté à 5J.

Les Figure 5-16 (a) et (b) présentent des micrographies d'un échantillon du composite CVC<sub>2</sub>, composé de couches de Lin/PLA (C) et d'une couche viscoélastique, observé avant les essais

mécaniques. Ces observations microscopiques permettent d'analyser la microstructure du composite et de déceler d'éventuels défauts préexistants. Cette observation met en évidence les défauts inter-plis (C/C ou V/V) et intra-plis (C/V) au sein du composite. On remarque la présence de décollements inter-plis C/C et V/V, indiquant une faible adhésion entre les couches. De plus, la présence de grands interstices dans une surface inter-couche relativement petite, ce qui peut limiter la cohésion entre les couches et affecter les propriétés mécaniques du composite. En revanche, l'observation de Figure 5-16 (b) révèle une "impression parfaite" de la microstructure du composite. Cela signifie que les couches sont bien alignées et qu'il n'y a pas de défauts visibles à cette échelle. Ces observations permettent aussi de constater une variabilité de la qualité de l'interface C/V à travers l'épaisseur du composite.

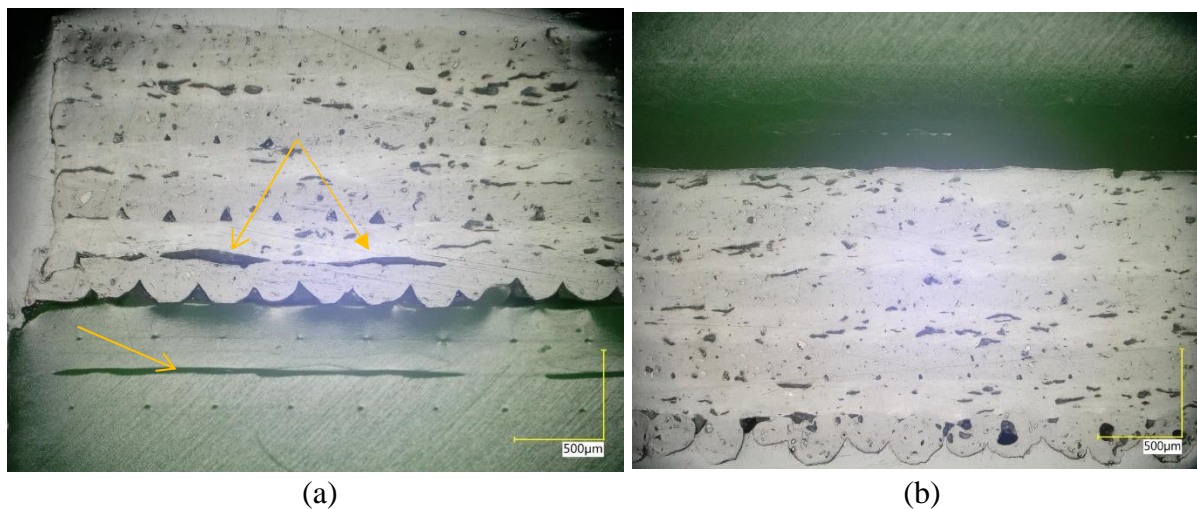


Figure 5-16: Échantillon de composite CVC<sub>2</sub> non impacté: a) coupe perpendiculaire à l'interface C/V b) coupe parallèle à l'interface C/V.

La Figure 5-17 présente des micrographies d'un échantillon du composite CVC<sub>2</sub> après avoir subi un impact à 10 J. Ces observations microscopiques révèlent des mécanismes d'endommagement complexes qui ont conduit à la défaillance du composite. On observe un cisaillement initial au niveau de la couche de composite, qui se propage ensuite jusqu'à la couche viscoélastique. Ce cisaillement entraîne une décohésion entre les couches C et V, illustrant une perte d'adhésion entre les deux constituants du composite. Cette défaillance compromet l'intégrité structurale du composite en réduisant sa capacité à transférer les charges. En plus de la décohésion inter-couches, on remarque également des décohésions internes au sein du composite C et de la couche V. Ces défaillances internes indiquent une fragilisation des matériaux constitutifs du composite, potentiellement due à l'accumulation des contraintes lors du test.

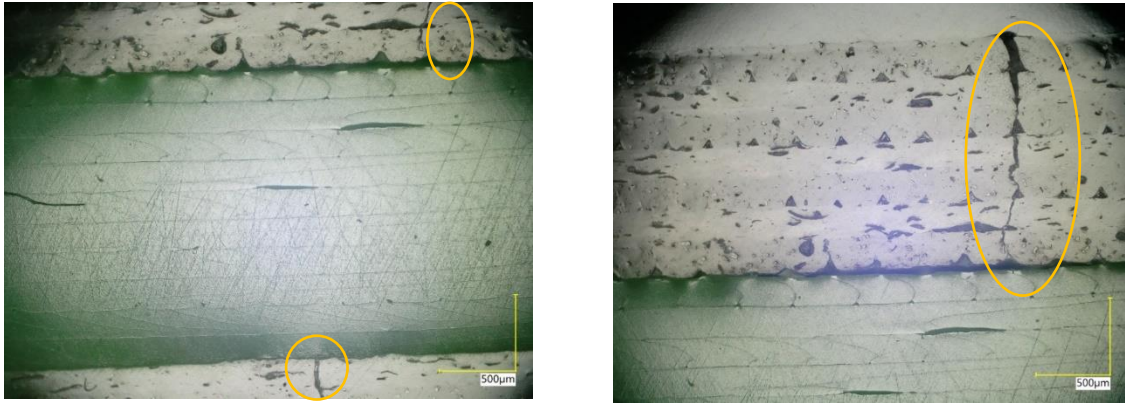


Figure 5-17: Échantillon de composite CVC<sub>2</sub> impacté à 10J.

La Figure 5-18 présente une micrographie d'un échantillon du composite CVC<sub>1</sub>, après avoir subi un impact à 15 J. Cette observation microscopique, complétée par une analyse macroscopique, révèle l'étendue des dommages subis par le composite suite à l'impact, menant à sa défaillance complète. Même à l'œil nu, il est évident que la structure du composite est complètement détruite, mettant en évidence la gravité de l'impact et la fragilité du composite face à une telle sollicitation. On observe une fissure importante qui traverse la surface du composite Lin/PLA, partant du point d'impact jusqu'à l'interface C/V. Cette fissure est susceptible d'être à l'origine de la décohésion entre les deux composantes, contribuant ainsi à la défaillance du composite. Des décohésions importantes sont également visibles au niveau des plis de la couche viscoélastique. Ces défaillances internes indiquent une perte de cohésion au sein du matériau, fragilisant la structure du composite et facilitant sa rupture.

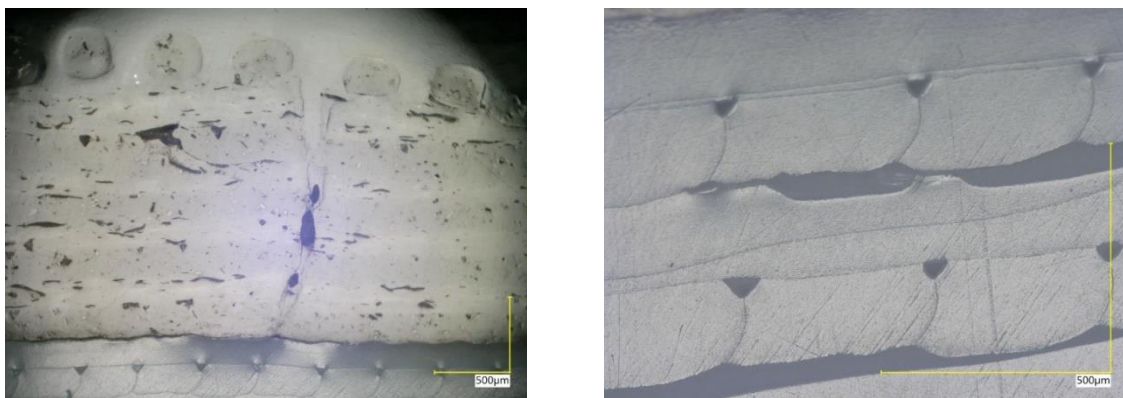


Figure 5-18: Échantillon de composite CVC<sub>1</sub> impacté à 15J.

## 5.7. Synthèse

Les observations à l'échelle mésoscopique et microscopique ont révélé la complexité des mécanismes d'endommagement dans les composites Lin/PLA avec et sans couches

viscoélastiques. À l'échelle mésoscopique, on a constaté que les fissures se propagent préférentiellement le long des interstices entre les couches déposées, soulignant l'importance de ces zones de faiblesse. L'ajout de couches viscoélastiques a montré un effet bénéfique en ralentissant la propagation des fissures, bien que des décohésions à l'interface composite/viscoélastique aient été observées. À l'échelle microscopique, l'analyse a permis de quantifier précisément le taux de fibres et de porosité dans le composite de base. Les observations ont mis en évidence divers modes d'endommagement tels que la décohésion fibre/matrice, la fissuration matricielle, le délaminage entre les plis et la rupture de fibres. L'impact des couches viscoélastiques sur ces mécanismes a été observé, notamment leur capacité à absorber l'énergie et à dévier les fissures, mais aussi leur propension à favoriser des décohésions inter-couches.

## **5.8. Conclusion**

Ce chapitre permet d'étudier en détail le comportement à l'impact de composites biosourcés innovants à matrice PLA renforcée par des fibres courtes de lin. Une approche expérimentale rigoureuse, combinant essais d'impact instrumentés et analyses poussées des endommagements, a été mise en œuvre. Les essais d'impact à différents niveaux énergies ont mis en évidence les performances contrastées des différentes architectures étudiées. Si le composite Lin/PLA de base présente une bonne résistance aux chocs, l'incorporation de couches viscoélastiques offre une capacité d'absorption d'énergie supérieure, ceci toutefois associé à une rigidité réduite. L'empilement et l'épaisseur de ces couches jouent un rôle majeur, certains composites comme le composite CVCVC<sub>1,5</sub> se révélant particulièrement résistants. Les observations microscopiques ont permis d'identifier les principaux mécanismes d'endommagement : décohésions fibres/matrice, fissurations matricielles et délaminages. Leur séquence d'apparition et leur étendue dépendent de l'énergie d'impact et de l'architecture du composite. La présence de couches viscoélastiques favorise certains modes de dégradation comme les décohésions inter-couches. Cette étude approfondie a mis en lumière le potentiel indéniable des composites Lin/PLA avec couches viscoélastiques pour des applications structurelles, mais aussi les défis à relever concernant leur tenue aux impacts. Les connaissances acquises sur les mécanismes d'endommagement et l'influence des couches viscoélastiques constituent une base solide pour optimiser ces composites biosourcés prometteurs.

## Conclusion générale et perspectives

Cette thèse a exploré en profondeur le comportement des composites biosourcés à base de PLA renforcé de fibres courtes de lin, en mettant un accent particulier sur l'intégration d'un matériau fonctionnel : les couches viscoélastiques pour optimiser leurs propriétés mécaniques et vibratoires. À travers une approche expérimentale rigoureuse, nous avons démontré que l'ajout des couches viscoélastiques en TPU (polyuréthane thermoplastique) améliore, non seulement, l'absorption des vibrations, mais aussi la durabilité des composites soumis à diverses charges mécaniques.

Le premier chapitre a permis d'établir un cadre théorique et bibliographique sur les matériaux composites et a présenté le rôle toujours croissant des matériaux biosourcés dans un monde soutenable et à faible impact environnemental. En introduisant les grands défis scientifiques et techniques de l'utilisation de composites renforcés de fibres naturelles, cette première partie a permis de poser les bases pour comprendre les enjeux des matériaux impliqués dans la seconde partie de l'étude.

Le second chapitre a détaillé les matériaux et les moyens mis en œuvre qui ont été mobilisés dans cette étude. En rendant compte des procédés de fabrication additive, nous avons montré que cette technologie permet de concevoir des composites aux géométries complexes tout en préservant la meilleure homogénéité possible. Les méthodes de caractérisations choisies ont permis d'évaluer les propriétés mécaniques de manière exhaustive : traction, flexion, fatigue et capacités vibratoires des composites.

Dans le chapitre trois, l'effet de l'intégration des couches viscoélastiques sur les propriétés mécaniques des composites a été étudié de manière approfondie à travers une série d'essais statiques, de fatigue et de vibration. Les résultats d'essais de flexion trois points révèlent que l'ajout d'une couche viscoélastique améliore les déformations des composites, mais l'incorporation d'une deuxième couche diminue ses propriétés en raison des discontinuités d'interface accrues. Une épaisseur de couche viscoélastique optimale autour de 1 mm a été identifiée pour maximiser la rigidité en flexion tout en assurant une certaine capacité d'absorption. L'analyse des essais de fatigue cyclique ont mis en évidence que les composites avec une seule couche viscoélastique nécessitent davantage de cycles pour atteindre des niveaux de perte de rigidité importants, par rapport aux composites à deux couches. Cependant, les composites avec une seule couche semblent également capables de mieux résister à des niveaux de chargement élevés sur une plus grande plage de cycles en fatigue. En vibration, les

résultats obtenus montrent que l'ajout des couches viscoélastiques améliore considérablement les propriétés d'amortissement des composites. Une couche viscoélastique de 1 mm d'épaisseur semble offrir les meilleures performances d'amortissement, tandis que l'ajout d'une deuxième couche viscoélastique peut être bénéfique mais dépend fortement de son épaisseur. En contrepartie, l'incorporation de ces couches viscoélastiques entraîne une réduction du module de Young en vibration, particulièrement pour les empilements avec deux couches viscoélastiques.

Au chapitre quatre, nous avons relevé l'influence de la température sur le comportement des composites. Nos expériences ont mis en évidence une diminution de la rigidité, la résistance en traction et la contrainte en cisaillement avec l'augmentation de la température, cet effet étant plus prononcé pour les composites avec couches viscoélastiques. Les tests de fatigue montrent une réduction de la raideur avec l'augmentation du déplacement moyen et de la température, ainsi qu'une augmentation générale du coefficient d'amortissement. L'analyse du comportement vibratoire a mis en évidence un décalage des fréquences de résonance vers les basses fréquences et une atténuation des amplitudes de résonance avec l'ajout de couches viscoélastiques et l'augmentation de la température. On observe également une augmentation générale du facteur de perte et une diminution du module de Young dans ces conditions. Ces résultats soulignent l'impact significatif de la température sur les propriétés mécaniques et vibratoires des composites, en particulier pour ceux intégrant des couches viscoélastiques. Cette étude approfondie a fourni une base de données solide pour la compréhension du comportement thermomécanique de ces composites biosourcés innovants, ouvrant ainsi la voie à leur optimisation pour des applications structurelles soumises à diverses conditions thermiques et mécaniques.

Enfin, au chapitre cinq, a permis d'étudier en détail le comportement à l'impact de ces composites biosourcés innovants. Une approche expérimentale rigoureuse, combinant essais d'impact instrumentés et analyses poussées des endommagements, a été mise en œuvre. Les résultats de ces essais à différents niveaux énergétiques ont mis en évidence les performances des différentes architectures étudiées. Si le composite Lin/PLA de base présente une bonne résistance aux chocs, l'incorporation de couches viscoélastiques a offert une capacité d'absorption d'énergie supérieure. L'empilement et l'épaisseur de ces couches ont joué un rôle majeur, certaines configurations comme le composite CVCVC<sub>1.5</sub> se révélant particulièrement résistant. Les observations microscopiques ont permis d'identifier les principaux mécanismes d'endommagement : décohésions fibres/matrice, fissurations matricielles et délaminages. Leur séquence d'apparition et leur étendue dépendent de l'énergie d'impact et de l'architecture du

composite. La présence de couches viscoélastiques a favorisé certains modes de dégradation comme les décohésions inter-couches.

En guise de conclusion, cette thèse a mis en avant la promesse d'usage des composites biosourcés renforcés de fibres naturelles et de matériaux viscoélastiques dans des applications nombreuses et variées, couvrant les domaines de l'aéronautique, de l'automobile et des éléments de protection. Les résultats obtenus constituent une base solide pour d'éventuelles recherches futures, impliquant par exemple l'étude de nouveaux mélanges de polymères biosourcés et de procédés de fabrication à plus forte valeur ajoutée afin d'optimiser les performances mécaniques et écologiques des composites. Intégrer la validation par éléments finis pourrait aussi offrir des prévisions fiables sur les comportements des composites face à diverses sollicitations. En outre, il serait pertinent de rechercher l'effet de diverses formulations de matrices et de fibres naturelles modifiées ou d'appliquer de nouvelles technologies, telles que l'utilisation de nanomatériaux, pour améliorer davantage les performances des composites. Le présent travail souligne la nécessité de poursuivre le développement de nouveaux matériaux composites pour se conformer aux exigences d'éco-conception des industriels modernes. La collaboration interdisciplinaire et les avancées technologiques continueront d'être des leviers clés pour le développement des solutions matérielles respectueuses de l'environnement et adaptées aux besoins industriels futurs.

Cette étude approfondie a mis en lumière le potentiel indéniable des composites Lin/PLA avec couches viscoélastiques pour des applications structurelles, mais aussi les défis à relever concernant leur tenue aux impacts. Les connaissances acquises sur les mécanismes d'endommagement et l'influence des couches viscoélastiques constituent une base solide pour optimiser ces composites biosourcés prometteurs.



## Références bibliographiques

- [1] Chak V, Chattopadhyay H, Dora TL. A review on fabrication methods, reinforcements and mechanical properties of aluminum matrix composites. *J Manuf Process* 2020;56:1059–74. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.05.042>.
- [2] Ramanathan A, Krishnan PK, Muraliraja R. A review on the production of metal matrix composites through stir casting – Furnace design, properties, challenges, and research opportunities. *J Manuf Process* 2019;42:213–45. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.04.017>.
- [3] Mohd Nurazzi N, Khalina A, Sapuan SM, Dayang Laila A, Rahmah M, Hanafee Z. A Review: Fibres, Polymer Matrices and Composites. *Pertanika J Sci Technol* 2017;25.
- [4] Zhang W, Dehghani-Sanij AA, Blackburn RS. Carbon based conductive polymer composites. *J Mater Sci* 2007;42:3408–18. <https://doi.org/10.1007/s10853-007-1688-5>.
- [5] Contribution of the refractory matrix to the fire resistance of carbon TRC composite | *Academic Journal of Civil Engineering* n.d. <https://journal.augc.asso.fr/index.php/ajce/article/view/ajce.37.1.36> (accessed December 13, 2023).
- [6] Chung DDL. A review of multifunctional polymer-matrix structural composites. *Compos Part B Eng* 2019;160:644–60. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.117>.
- [7] Valente M, Marini D, Genova V, Quitadamo A, Marra F, Pulci G. Lightweight metallic matrix composites: Development of new composites material reinforced with carbon structures. *J Appl Biomater Funct Mater* 2019;17:2280800019840294. <https://doi.org/10.1177/2280800019840294>.
- [8] Sun J, Ye D, Zou J, Chen X, Wang Y, Yuan J, et al. A review on additive manufacturing of ceramic matrix composites. *J Mater Sci Technol* 2023;138:1–16. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.06.039>.
- [9] Mandjiny S. Chromatographie de pseudo-bio-affinité utilisant un ligand général “Histidine” sur différentes matrices synthétiques particules et membranes plates : analyses quantitatives. These de doctorat. Compiègne, 1992.
- [10] Almusawi AM. Mise en œuvre et optimisation des propriétés d’une structure sandwich en matériaux biosourcés (fibres et bois de chanvre) avec une matrice en polystyrène expansé pour le bâtiment. phdthesis. Université Bourgogne Franche-Comté, 2017.
- [11] Gourier C. Contribution à l’étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin. phdthesis. Université de Bretagne Sud, 2016.
- [12] Marrot L. Contribution au développement de matériaux composites à matrices thermodurcissables biosourcées et renforcées par des fibres végétales. phdthesis. Université de Bretagne Sud, 2014.
- [13] Atinafu DG, Ok YS, Kua HW, Kim S. Thermal properties of composite organic phase change materials (PCMs): A critical review on their engineering chemistry. *Appl Therm Eng* 2020;181:115960. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2020.115960>.
- [14] Liu F, Liu A, Tao W, Yang Y. Preparation of UV curable organic/inorganic hybrid coatings-a review. *Prog Org Coat* 2020;145:105685. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2020.105685>.
- [15] Malaki M, Xu W, Kasar AK, Menezes PL, Dieringa H, Varma RS, et al. Advanced Metal Matrix Nanocomposites. *Metals* 2019;9:330. <https://doi.org/10.3390/met9030330>.
- [16] Bouville F, Maire E, Meille S, Van de Moortèle B, Stevenson AJ, Deville S. Strong, tough and stiff bioinspired ceramics from brittle constituents. *Nat Mater* 2014;13:508–14. <https://doi.org/10.1038/nmat3915>.

- [17] Adeniyi AG, Onifade DV, Ighalo JO, Adeoye AS. A review of coir fiber reinforced polymer composites. *Compos Part B Eng* 2019;176:107305. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107305>.
- [18] Cooke TF. Inorganic Fibers—A Literature Review. *J Am Ceram Soc* 1991;74:2959–78. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1991.tb04289.x>.
- [19] Yan L, Kasal B, Huang L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. *Compos Part B Eng* 2016;92:94–132. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.02.002>.
- [20] Mehrali M, Bagherifard S, Akbari M, Thakur A, Mirani B, Mehrali M, et al. Blending Electronics with the Human Body: A Pathway toward a Cybernetic Future. *Adv Sci* 2018;5:1700931. <https://doi.org/10.1002/advs.201700931>.
- [21] Bentur A, Mindess S. *Fibre Reinforced Cementitious Composites*. CRC Press; 2006.
- [22] Pelisson F, Butaud P, Placet V, Ouisse M. Identification des propriétés mécaniques dynamiques sur fibre unitaire. *Journ. Natl. Sur Compos.*, Besançon, France: 2023.
- [23] Hassan MF, Sabri MA, Fazal H, Hafeez A, Shezad N, Hussain M. Recent trends in activated carbon fibers production from various precursors and applications—A comparative review. *J Anal Appl Pyrolysis* 2020;145:104715. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2019.104715>.
- [24] Forintos N, Czigany T. Multifunctional application of carbon fiber reinforced polymer composites: Electrical properties of the reinforcing carbon fibers – A short review. *Compos Part B Eng* 2019;162:331–43. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.10.098>.
- [25] Zhang B, Jia L, Tian M, Ning N, Zhang L, Wang W. Surface and interface modification of aramid fiber and its reinforcement for polymer composites: A review. *Eur Polym J* 2021;147:110352. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2021.110352>.
- [26] Kesentini Z. Influence de l'humidité sur le comportement en statique et en dynamique d'un composite PLA/Lin. phdthesis. Le Mans Université ; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2022.
- [27] Hamrouni A. Analyse du comportement statique et dynamique d'un composite sandwich à âme architecturée et constituants naturels : optimisation des formes de l'âme auxétique. phdthesis. Le Mans Université ; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2023.
- [28] Karimah A, Ridho MR, Munawar SS, Adi DS, Ismadi, Damayanti R, et al. A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: characteristics, and utilizations. *J Mater Res Technol* 2021;13:2442–58. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.014>.
- [29] Hemath M, Mavinkere Rangappa S, Kushvaha V, Dhakal HN, Siengchin S. A comprehensive review on mechanical, electromagnetic radiation shielding, and thermal conductivity of fibers/inorganic fillers reinforced hybrid polymer composites. *Polym Compos* 2020;41:3940–65. <https://doi.org/10.1002/pc.25703>.
- [30] Ziane K. Analyse, Évaluation et Réduction des Risques d'un Parc Éolien. 2017.
- [31] Cheng P, Peng Y, Li S, Rao Y, Le Duigou A, Wang K, et al. 3D printed continuous fiber reinforced composite lightweight structures: A review and outlook. *Compos Part B Eng* 2023;250:110450. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.110450>.
- [32] Luo L, Zhang F, Leng J. Shape Memory Epoxy Resin and Its Composites: From Materials to Applications. *Research* 2022;2022. <https://doi.org/10.34133/2022/9767830>.
- [33] Tang X, Yan X. A review on the damping properties of fiber reinforced polymer composites. *J Ind Text* 2020;49:693–721. <https://doi.org/10.1177/1528083718795914>.
- [34] Guo Y, Qiu H, Ruan K, Wang S, Zhang Y, Gu J. Flexible and insulating silicone rubber composites with sandwich structure for thermal management and electromagnetic interference shielding. *Compos Sci Technol* 2022;219:109253. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2021.109253>.

- [35] Barile M, Lecce L, Iannone M, Pappadà S, Roberti P. Thermoplastic Composites for Aerospace Applications. In: Pantelakis S, Tserpes K, editors. *Revolutionizing Aircr. Mater. Process.*, Cham: Springer International Publishing; 2020, p. 87–114. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-35346-9\\_4](https://doi.org/10.1007/978-3-030-35346-9_4).
- [36] Marichelvam MK, Manimaran P, Verma A, Sanjay MR, Siengchin S, Kandakodeeswaran K, et al. A novel palm sheath and sugarcane bagasse fiber based hybrid composites for automotive applications: An experimental approach. *Polym Compos* 2021;42:512–21. <https://doi.org/10.1002/pc.25843>.
- [37] Saravanan M, Kumar DB. A review on navy ship parts by advanced composite material. *Mater Today Proc* 2021;45:6072–7. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.074>.
- [38] Oladele IO, Omotosho TF, Adediran AA. Polymer-Based Composites: An Indispensable Material for Present and Future Applications. *Int J Polym Sci* 2020;2020:e8834518. <https://doi.org/10.1155/2020/8834518>.
- [39] Egbo MK. A fundamental review on composite materials and some of their applications in biomedical engineering. *J King Saud Univ - Eng Sci* 2021;33:557–68. <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2020.07.007>.
- [40] Bilasse M. Modélisation numérique des vibrations linéaires et non linéaires des structures sandwichs à âme viscoélastique. These de doctorat. Metz, 2010.
- [41] Nguyen M-D. Modélisation numérique discrète des matériaux bitumeux. phdthesis. Université de Lyon, 2017.
- [42] Henriques IR, Borges LA, Costa MF, Soares BG, Castello DA. Comparisons of complex modulus provided by different DMA. *Polym Test* 2018;72:394–406. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.10.034>.
- [43] Kergourlay G. Mesure et prédiction vibroacoustique de structures viscoélastiques - Application à une enceinte acoustique. phdthesis. Ecole Centrale Paris, 2004.
- [44] Kergourlay G, Balmès E, Legal G. A characterization of frequency–temperature–prestress effects in viscoelastic films. *J Sound Vib* 2006;297:391–407. <https://doi.org/10.1016/j.jsv.2006.04.003>.
- [45] Ledi KS. Approche inverse pour l’identification des propriétés viscoélastiques de structures sandwichs amorties. These de doctorat. Université de Lorraine, 2018.
- [46] Koutoati K. Modélisation numérique du comportement statique et vibratoire des poutres sandwich viscoélastiques à gradient de propriétés. phdthesis. Université de Lorraine, 2020.
- [47] Ashter SA. 6 - Mechanics of Materials. In: Ashter SA, editor. *Thermoforming Single Multilayer Laminates*, Oxford: William Andrew Publishing; 2014, p. 123–45. <https://doi.org/10.1016/B978-1-4557-3172-5.00006-2>.
- [48] Malloum A, Mahi AE, Idriss M. The effects of water ageing on the tensile static and fatigue behaviors of greenpoxy–flax fiber composites. *J Compos Mater* 2019;53:2927–39. <https://doi.org/10.1177/0021998319835596>.
- [49] Monti A. Élaboration et caractérisation mécanique d’une structure composite sandwich à base de constituants naturels. phdthesis. Université du Maine, 2016. <https://doi.org/10/document>.
- [50] Hamrouni A, Rebiere J-L, El Mahi A, Beyaoui M, Haddar M. Caractérisation Mécanique d’un Meta-Matériau de Forme Anti-Trichirale Fabriqué par la Technique d’Impression 3D avec un Composite Biosourcé et Biodégradable. 16ème Congrès Fr. Acoust. CFA2022, Marseille, France: Société Française d’Acoustique and Laboratoire de Mécanique et d’Acoustique; 2022.
- [51] Caron J-F, Mesnil R. Construction et génie civil 4.0. *Transit Nouv Ann Ponts Chaussées* 2022:108.

- [52] Tian X, Liu T, Yang C, Wang Q, Li D. Interface and performance of 3D printed continuous carbon fiber reinforced PLA composites. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2016;88:198–205. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.05.032>.
- [53] Mohamed OA, Masood SH, Bhowmik JL. Optimization of fused deposition modeling process parameters: a review of current research and future prospects. *Adv Manuf* 2015;3:42–53. <https://doi.org/10.1007/s40436-014-0097-7>.
- [54] Rengier F, Mehndiratta A, von Tengg-Kobligk H, Zechmann CM, Unterhinninghofen R, Kauczor H-U, et al. 3D printing based on imaging data: review of medical applications. *Int J Comput Assist Radiol Surg* 2010;5:335–41. <https://doi.org/10.1007/s11548-010-0476-x>.
- [55] Murphy SV, Atala A. 3D bioprinting of tissues and organs. *Nat Biotechnol* 2014;32:773–85. <https://doi.org/10.1038/nbt.2958>.
- [56] Lee JM, Sing SL, Tan E, Yeong WY. Bioprinting in cardiovascular tissue engineering: a review. *Int J Bioprinting* 2016.
- [57] Chia HN, Wu BM. Recent advances in 3D printing of biomaterials. *J Biol Eng* 2015;9:4. <https://doi.org/10.1186/s13036-015-0001-4>.
- [58] Hiller J, Lipson H. Design and analysis of digital materials for physical 3D voxel printing. *Rapid Prototyp J - RAPID Prototyp J* 2009;15:137–49. <https://doi.org/10.1108/13552540910943441>.
- [59] Raviv D, Zhao W, McKnelly C, Papadopoulou A, Kadambi A, Shi B, et al. Active Printed Materials for Complex Self-Evolving Deformations. *Sci Rep* 2014;4:7422. <https://doi.org/10.1038/srep07422>.
- [60] Deckers J, Vleugels J, Kruth J. Additive Manufacturing of Ceramics: A Review. *J Ceram Sci Technol* 2014;5:245–60. <https://doi.org/10.4416/JCST2014-00032>.
- [61] Additive manufacturing of polymer-derived ceramics | Science n.d. <https://www.science.org/doi/10.1126/science.aad2688> (accessed September 29, 2023).
- [62] Kim D, Hui S, Jeong S, Moon J. All-Ink-Jet Printed Flexible Organic Thin-Film Transistors on Plastic Substrates. *Electrochem Solid State Lett - ELECTROCHEM SOLID STATE LETT* 2009;12. <https://doi.org/10.1149/1.3098962>.
- [63] Saengchairat N, Tran T, Chua C-K. A review: additive manufacturing for active electronic components. *Virtual Phys Prototyp* 2016;12:1–16. <https://doi.org/10.1080/17452759.2016.1253181>.
- [64] Leigh SJ, Bradley RJ, Purssell CP, Billson DR, Hutchins DA. A Simple, Low-Cost Conductive Composite Material for 3D Printing of Electronic Sensors. *PLOS ONE* 2012;7:e49365. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0049365>.
- [65] Mesoporous Silica Gel–Based Mixed Matrix Membranes for Improving Mass Transfer in Forward Osmosis: Effect of Pore Size of Filler | Scientific Reports n.d. <https://www.nature.com/articles/srep16808> (accessed October 2, 2023).
- [66] Lee J-Y, Qi S, Liu X, Li Y, Huo F, Tang CY. Synthesis and characterization of silica gel-polyacrylonitrile mixed matrix forward osmosis membranes based on layer-by-layer assembly 2014. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2014.01.029>.
- [67] Lee J-Y, She Q, Huo F, Tang CY. Metal–organic framework-based porous matrix membranes for improving mass transfer in forward osmosis membranes. *J Membr Sci* 2015;492:392–9. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2015.06.003>.
- [68] Lee J-Y, Tang CY, Huo F. Fabrication of Porous Matrix Membrane (PMM) Using Metal-Organic Framework as Green Template for Water Treatment. *Sci Rep* 2014;4:3740. <https://doi.org/10.1038/srep03740>.
- [69] Cai C, Zheng H, Liu GR. Vibration analysis of a beam with PCLD Patch. *Appl Acoust* 2004;65:1057–76. <https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2004.05.004>.

- [70] Zheng H, Tan XM, Cai C. Damping analysis of beams covered with multiple PCLD patches. *Int J Mech Sci* 2006;48:1371–83. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2006.07.008>.
- [71] Douaifia M/ B. Commande d'un Système de Suspension d'un Véhicule. Thesis. UNIVERSITE DE ECHAHID CHEIKH LARBI TEBESSI, 2024.
- [72] Walid DA □ B. Contrôle de vibration par les matériaux piézoélectriques des pales éoliennes. Thesis. faculté des sciences et de la technologie univ bba, 2022.
- [73] Hosseinipour A, Hojabri H. Small-Signal Stability Analysis and Active Damping Control of DC Microgrids Integrated With Distributed Electric Springs. *IEEE Trans Smart Grid* 2020;11:3737–47. <https://doi.org/10.1109/TSG.2020.2981132>.
- [74] Shirvani HK, Zeng JQC, Erkorkmaz K. Dynamic compliance attenuation in ball screw drives through model-based active damping of multiple vibration modes. *CIRP Ann* 2022;71:373–6. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2022.04.040>.
- [75] Saravanos DA, Pereira JM. Effects of interply damping layers on the dynamic characteristics of composite plates. *AIAA J* 1992;30:2906–13. <https://doi.org/10.2514/3.11636>.
- [76] Nashif AD, Jones DIG, Henderson JP. *Vibration Damping*. John Wiley & Sons; 1991.
- [77] Kerwin EM. Damping of Flexural Waves by a Constrained Viscoelastic Layer. *J Acoust Soc Am* 1959;31:952–62. <https://doi.org/10.1121/1.1907821>.
- [78] Berthelot P. Bruit et Vibrations: Couche viscoélastique. *Bruit Vib* 2007. <http://bruit-vibrations.blogspot.com/2007/12/couche-viscolastique.html> (accessed October 11, 2023).
- [79] Granger D, Ross A. Effects of partial constrained viscoelastic layer damping parameters on the initial transient response of impacted cantilever beams: Experimental and numerical results. *J Sound Vib* 2009;321:45–64. <https://doi.org/10.1016/j.jsv.2008.09.039>.
- [80] Fotsing E, Sola M, Ross A, Ruiz E. Lightweight damping of composite sandwich beams: Experimental analysis. *J Compos Mater* 2013;47:1501–11. <https://doi.org/10.1177/0021998312449027>.
- [81] Horel F. Modélisation analytique de l'amortissement des poutres composites sandwich contenant des couches viscoélastiques. masters. École Polytechnique de Montréal, 2013.
- [82] Piollet E. Amortissement non-linéaire des structures sandwichs à matériau d'âme en fibres enchevêtrées. 2014.
- [83] El Mahi A, Assarar M, Sefrani Y, Berthelot J-M. Damping analysis of orthotropic composite materials and laminates. *Compos Part B Eng* 2008;39:1069–76. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2008.05.003>.
- [84] Khalfi B. Modélisation analytique pour l'étude du comportement vibratoire en régime transitoire d'une plaque avec tampon amortissant contraint. phd. École Polytechnique de Montréal, 2012.
- [85] Yang J, Xiong J, Ma L, Wang B, Zhang G, Wu L. Vibration and damping characteristics of hybrid carbon fiber composite pyramidal truss sandwich panels with viscoelastic layers. *Compos Struct* 2013;106:570–80. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2013.07.015>.
- [86] Huang SC, Inman DJ, Austin EM. Some design considerations for active and passive constrained layer damping treatments. *Smart Mater Struct* 1996;5:301. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/5/3/008>.
- [87] Lam MJ. *Hybrid Active/Passive Models with Frequency Dependent Damping* 1997.
- [88] Baskaran M, Hashim R, Sulaiman O, Awalludin MF, Sudesh K, Arai T, et al. Properties of Particleboard Manufactured from Oil Palm Trunk Waste Using Polylactic Acid as a Natural Binder. *Waste Biomass Valorization* 2019;10:179–86. <https://doi.org/10.1007/s12649-017-0026-7>.

- [89] D'Amelia RP, Khanyan B. An Experimental Review: Evaluation of the Flory-Fox Equation for the Relationship of Glass Transition Temperature ( $T_g$ ) vs Molar Mass of Polystyrene Using Differential Scanning Calorimetry (DSC). *J Polym Biopolym Phys Chem* 2022;10:10–7. <https://doi.org/10.12691/jpbpc-10-1-2>.
- [90] Jimenez A, Peltzer M, Ruseckaite R. *Poly(lactic acid) Science and Technology. Processing, Properties, Additives and Applications*. 2014.
- [91] Coppola B, Cappetti N, Di Maio L, Scarfato P, Incarnato L. 3D Printing of PLA/clay Nanocomposites: Influence of Printing Temperature on Printed Samples Properties. *Materials* 2018;11:1947. <https://doi.org/10.3390/ma11101947>.
- [92] Baratian S, Hall E, Lin J, Xu R, Runt J. Crystallization and Solid-State Structure of Random Polylactide Copolymers: Poly(l-lactide-co-d-lactide)s. *Macromolecules* 2001;34. <https://doi.org/10.1021/ma001125r>.
- [93] Aliotta L, Gigante V, Coltelli M-B, Cinelli P, Lazzeri A, Seggiani M. Thermo-Mechanical Properties of PLA/Short Flax Fiber Biocomposites. *Appl Sci* 2019;9:3797. <https://doi.org/10.3390/app9183797>.
- [94] Peebles LHJr. Hard Block Length Distribution in Segmented Block Copolymers. *Macromolecules* 1976;9:58–61. <https://doi.org/10.1021/ma60049a010>.
- [95] Carlo Santulli. Mechanical and Impact Properties of Untreated Jute Fabric Reinforced Polyester Laminates Compared With Different E-Glass Fibre Reinforced Laminates. *Sci Eng Compos Mater* 2000;9:177–88. <https://doi.org/10.1515/SECM.2000.9.4.177>.
- [96] Kessler MR. *Advanced Topics in Characterization of Composites*. Trafford Publishing; 2004.
- [97] Francois D, Pineau A. *From Charpy to Present Impact Testing*. Elsevier; 2002.
- [98] Hosseinzadeh R, Shokrieh MM, Lessard L. Damage behavior of fiber reinforced composite plates subjected to drop weight impacts. *Compos Sci Technol* 2006;66:61–8. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.05.025>.
- [99] Rajesh Mathivanan N, Jerald J. Experimental investigation of low-velocity impact characteristics of woven glass fiber epoxy matrix composite laminates of EP3 grade. *Mater Des* 2010;31:4553–60. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.03.051>.
- [100] SANTULLI C, JANSSEN M, JERONIMIDIS G. Partial replacement of E-glass fibers with flax fibers in composites and effect on falling weight impact performance. *Partial Replace E-Glass Fibers Flax Fibers Compos Eff Falling Weight Impact Perform* 2005:3581–5.
- [101] Liang S. *Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales : prise en compte de la variabilité des propriétés*. phdthesis. Université de Bourgogne, 2012.
- [102] Elouaer A, Aboura Z, Ayad R, Sabhi H, Benzeggagh M. Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibres végétales = Monitoring of fatigue damage in composites based fiber plant. In: LAMON PO et J, editor. *JNC16*, Toulouse, France: AMAC; 2009, p. 10 p.
- [103] Silva de Vasconcellos D. *Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy*. phdthesis. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2013.
- [104] Perrin F. Les enjeux énergétiques de demain. *Rev Int Strat* 2010;80:85–90. <https://doi.org/10.3917/ris.080.0084>.
- [105] Lors C, Leleux P, Park C-H. Biodégradabilité des plastiques biosourcés : revue bibliographique sur l'acide polylactique. *Matér Tech* 2022;110:604. <https://doi.org/10.1051/mattech/2023002>.
- [106] Bos HL, Müssig J, van den Oever MJA. Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2006;37:1591–604. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.10.011>.

- [107] Satyanarayana KG, Arizaga GGC, Wypych F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. *Prog Polym Sci* 2009;34:982–1021. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2008.12.002>.
- [108] Yan L, Chouw N, Jayaraman K. Flax fibre and its composites – A review. *Compos Part B Eng* 2014;56:296–317. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.08.014>.
- [109] Abdul Nasir AA, Azmi AI, Khalil ANM. Measurement and optimisation of residual tensile strength and delamination damage of drilled flax fibre reinforced composites. *Measurement* 2015;75:298–307. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2015.07.046>.
- [110] Khalfallah M, Abbès B, Abbès F, Guo YQ, Marcel V, Duval A, et al. Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications. *Mater Des* 2014;64:116–26. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.029>.
- [111] Baley C, Bourmaud A. Average tensile properties of French elementary flax fibers. *Mater Lett* 2014;122:159–61. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.02.030>.
- [112] Oksman K, Skrifvars M, Selin J-F. Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. *Compos Sci Technol* 2003;63:1317–24. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00103-9](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00103-9).
- [113] Le Duigou A, Pillin I, Bourmaud A, Davies P, Baley C. Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly(l-lactide) composites. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2008;39:1471–8. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.05.008>.
- [114] Le Duigou A, Davies P, Baley C. Seawater ageing of flax/poly(lactic acid) biocomposites. *Polym Degrad Stab* 2009;94:1151–62. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.03.025>.
- [115] Huda MS, Drzal LT, Mohanty AK, Misra M. Effect of fiber surface-treatments on the properties of laminated biocomposites from poly(lactic acid) (PLA) and kenaf fibers. *Compos Sci Technol* 2008;68:424–32. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.06.022>.
- [116] (2) (PDF) Bio-composites of kenaf fibers in polylactide: Role of improved interfacial adhesion in the carding process n.d. [https://www.researchgate.net/publication/222528166\\_Bio-composites\\_of\\_kenaf\\_fibers\\_in\\_polylactide\\_Role\\_of\\_improved\\_interfacial\\_adhesion\\_in\\_the\\_carding\\_process](https://www.researchgate.net/publication/222528166_Bio-composites_of_kenaf_fibers_in_polylactide_Role_of_improved_interfacial_adhesion_in_the_carding_process) (accessed January 12, 2024).
- [117] Nishino T, Hirao K, Kotera M, Nakamae K, Inagaki H. Kenaf reinforced biodegradable composite. *Compos Sci Technol* 2003;63:1281–6. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00099-X](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00099-X).
- [118] Plackett D, Løgstrup Andersen T, Batsberg Pedersen W, Nielsen L. Biodegradable composites based on L-poly(lactide) and jute fibres. *Compos Sci Technol* 2003;63:1287–96. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00100-3](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00100-3).
- [119] Hu R, Jang M-H, Kim Y, Piao Y, Lim JK. Fully Degradable Jute Fiber Reinforced Polylactide Composites Applicable to Car Interior Panel. *Adv Mater Res* 2010;123:1151–4. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.123-125.1151>.
- [120] Jahno VD, Ribeiro GBM, dos Santos LA, Ligabue R, Einloft S, Ferreira MRW, et al. Chemical synthesis and in vitro biocompatibility tests of poly (L-lactic acid). *J Biomed Mater Res A* 2007;83:209–15. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.31210>.
- [121] Okubo K, Fujii T, Thostenson ET. Multi-scale hybrid biocomposite: Processing and mechanical characterization of bamboo fiber reinforced PLA with microfibrillated cellulose. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2009;40:469–75. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.01.012>.
- [122] Subramani P, Rana S, Ghiassi B, Figueiro R, Oliveira DV, Lourenco PB, et al. Development and characterization of novel auxetic structures based on re-entrant hexagon design produced from braided composites. *Compos Part B Eng* 2016. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.02.058>.

- [123] Kesentini Z, Rebiere J, El Mahi A, Beyaoui M, Haddar M. Vieillissement hydrique des Bio-composites PLA/lin fabriqués par impression 3D. 2021.
- [124] Ayrlimis N, Kariz M, Kwon JH, Kitek Kuzman M. Effect of printing layer thickness on water absorption and mechanical properties of 3D-printed wood/PLA composite materials. *Int J Adv Manuf Technol* 2019;102:2195–200. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03299-9>.
- [125] Assarar M. Etude expérimentale et modélisation du comportement dynamique des composites stratifiés et sandwichs. Thèse de doctorat. Le Mans, 2007.
- [126] Idriss M. Analyse expérimentale et par élément finis du comportement statique et vibratoire des matériaux composites sandwichs sains et endommagés. phdthesis. Université du Maine, 2013.
- [127] Matériaux composites BERTHELOT Jean-Marie. Libr Lavoisier n.d. <https://www.lavoisier.fr/livre/industries-chimiques/materiaux-composites-5-ed/berthelot/descriptif-9782743014506> (accessed January 14, 2024).
- [128] Abderrezak B, El Mahi A, Berthelot J-M, Boudjema B. Experimental analysis of behavior and damage of sandwich composite materials in three-point bending. Part 1. Static tests and stiffness degradation at failure studies. *Strength Mater* 2007;39:170–7. <https://doi.org/10.1007/s11223-007-0022-4>.
- [129] Idriss M, El Mahi A, Assarar M, El Guerjouma R. Damping analysis in cyclic fatigue loading of sandwich beams with debonding. *Compos Part B Eng* 2013;44:597–603. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.02.024>.
- [130] Hammami M. Comportement mécanique et vibratoire des composites stratifiés sains et endommagés par délaminage. phdthesis. Le Mans Université ; Université de Sfax (Tunisie), 2016.
- [131] Assarar M, Zouari W, Sabhi H, Ayad R, Berthelot J-M. Evaluation of the damping of hybrid carbon–flax reinforced composites. *Compos Struct* 2015;Complete:148–54. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.05.016>.
- [132] Poilâne C, Cherif ZE, Richard F, Vivet A, Ben Doudou B, Chen J. Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material. *Compos Struct* 2014;112:100–12. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.01.043>.
- [133] Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics n.d. <https://www.astm.org/d0638-14.html> (accessed January 14, 2024).
- [134] *Vibration: Fundamentals and Practice*, Second Edition. Routledge CRC Press n.d. <https://www.routledge.com/Vibration-Fundamentals-and-Practice-Second-Edition/de-Silva/p/book/9780849319877> (accessed January 15, 2024).
- [135] Aiman DPC, Yahya MF, Salleh J. Impact properties of 2D and 3D woven composites : A review. *AIP Conf Proc* 2016;1774:020002. <https://doi.org/10.1063/1.4965050>.
- [136] ASTM C393/C393M-20. Afnor Ed n.d. <https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/astm-c393-c393m20/am107575/270440> (accessed June 3, 2024).
- [137] de Araújo PC, Soares JB, de Holanda AS, Parente E, Evangelista F. Dynamic Viscoelastic Analysis of Asphalt Pavements using a Finite Element Formulation. *Road Mater Pavement Des* 2010;11:409–33. <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690282>.
- [138] Shishesaz M, Reza A. The Effect of Viscoelasticity of Polymeric Adhesives on Shear Stress Distribution in a Single-Lap Joint. *J Adhes* 2013;89:859–80. <https://doi.org/10.1080/00218464.2012.750581>.
- [139] Kesentini Z. Influence de l’humidité sur le comportement en statique et en dynamique d’un composite PLA/Lin. phdthesis. Le Mans Université ; École nationale d’ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2022.



- [140] Meddeb F, El Mahi A, Rebiere J-L, Daoud H, Ben Souf MA, Haddar M. Effects of Temperature and Layer Thickness on the Static and Dynamic Behaviors of Biocomposite Materials with Interleaved Viscoelastic Layers. *Int J Appl Mech* 2024;16:2450043. <https://doi.org/10.1142/S1758825124500431>.
- [141] Sefrani Y, Berthelot J-M. Temperature effect on the damping properties of unidirectional glass fibre composites. *Compos Part B Eng* 2006;37:346–55. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2005.10.001>.
- [142] Oksman K, Skrifvars M, Selin J-F. Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. *Compos Sci Technol* 2003;63:1317–24. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00103-9](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00103-9).
- [143] Bax B, Müssig J. Impact and tensile properties of PLA/Cordenka and PLA/flax composites. *Compos Sci Technol* 2008;68:1601–7. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.01.004>.
- [144] Chow CPL, Xing XS, Li RKY. Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol* 2007;67:306–13. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.08.005>.
- [145] Lau K, Hung P, Zhu M-H, Hui D. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. *Compos Part B Eng* 2018;136:222–33. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.10.038>.
- [146] Rajesh Mathivanan N, Jerald J. Experimental investigation of low-velocity impact characteristics of woven glass fiber epoxy matrix composite laminates of EP3 grade. *Mater Des* 2010;31:4553–60. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.03.051>.
- [147] Farge L. Caractérisation de l'endommagement de matériaux composites stratifiés à l'aide de la mesure du déplacement par une méthode optique plein-champ. phdthesis. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2009.
- [148] Caprino G, Carrino L, Durante M, Langella A, Lopresto V. Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites. *Compos Struct* 2015;133:892–901. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.08.029>.
- [149] de Vasconcellos DS, Sarasini F, Touchard F, Chocinski-Arnault L, Pucci M, Santulli C, et al. Influence of low velocity impact on fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composites. *Compos Part B Eng* 2014;66:46–57. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.04.025>.
- [150] Cuynet A. Etude du comportement mécanique à l'impact et en post impact de matériaux composites à fibres végétales. phdthesis. Université Grenoble Alpes, 2018.
- [151] ImageJ n.d. <https://imagej.net/ij/> (accessed August 3, 2024).



**Titre :** Caractérisation du comportement d'un composite biosourcé intégrant une couche viscoélastique

**Mots clés :** Composites biosourcés, Couches viscoélastiques, Amortissement des vibrations, Impression 3D, Fatigue, Impact

**Résumé :** Les matériaux composites biosourcés sont de plus en plus utilisés dans différents secteurs pour leurs intérêts, notamment, environnementaux. L'objectif de cette thèse est l'étude de l'effet de l'intégration d'un matériau fonctionnel, une couche viscoélastique sur le comportement mécanique (en statique, en fatigue, en vibration et à l'impact ; température) d'un composite biosourcé. Les matériaux considérés sont constitués de fibres courtes de lin associées à un biopolymère Acide Poly-Lactique (PLA). Une couche viscoélastique en polyuréthane thermoplastique (TPU) est intégrée à ces composites. Ils sont élaborés par la fabrication additive en impression 3D. Tout d'abord, les caractéristiques élastiques et à la rupture du composite Lin/PLA et des composites avec couches viscoélastiques sont déterminées en traction et en flexion. Ensuite, une analyse approfondie de ses caractéristiques en fonction de l'épaisseur et de la séquence d'empilement des couches viscoélastiques est réalisée en statique, en fatigue et en vibration. Le comportement en statique est ici analysé, en mettant l'accent sur l'efficacité de l'intégration de la couche viscoélastique. Par la suite, des essais de fatigue jusqu'à rupture et des essais cycliques avec paliers de chargement sont réalisés.

L'évolution de la raideur et du coefficient d'amortissement en fonction du nombre de cycles et des conditions de chargement est analysée pour les composites avec et sans couche viscoélastique. Les essais vibratoires sont réalisés afin d'analyser les propriétés modales des composites. Le module de Young et le facteur de perte sont déterminés aux pics de résonance en fonction de la fréquence et ont permis d'évaluer l'efficacité de la couche viscoélastique en termes d'amortissement des vibrations. L'effet de la variation de la température sur le comportement mécanique de tous les composites est réalisé en statique, en fatigue et vibration. Les résultats obtenus des différents essais montrent que les caractéristiques mécaniques dépendent fortement de la température. Cet effet est beaucoup plus prononcé dans les composites en présence de couches viscoélastiques. Une dernière partie de ce travail est relative à l'étude de l'effet de la résistance à l'impact des composites sous différents niveaux d'énergies. L'analyse des dommages internes et externes montre que les composites avec couches viscoélastiques présentent une meilleure capacité d'absorption de l'énergie malgré une déformation plus importante que celle des composites sans couches viscoélastiques.

**Title :** Characterizing the behavior of a bio-based composite with a viscoelastic layer

**Keywords :** Bio-based Composites, Viscoelastic Layers, Vibration Damping, 3D Printing, Fatigue, Impact.

**Abstract :** Bio-based composites are increasingly used in various sectors due to their environmental benefits. The objective of this thesis is to study the effect of integrating a functional material, a viscoelastic layer, on the mechanical behavior (in static, fatigue, vibration, and impact; temperature) of a bio-based composite. The materials considered consist of short flax fibers combined with a polylactic acid (PLA) biopolymer. A viscoelastic layer of thermoplastic polyurethane (TPU) is integrated into these composites. They are produced through additive manufacturing using 3D printing. First, the elastic and fracture characteristics of the flax/PLA composite and the composites with viscoelastic layers are determined in tension and bending. Then, an in-depth analysis of their characteristics based on the thickness and stacking sequence of the viscoelastic layers is conducted in static, fatigue, and vibration scenarios. The static behavior is analyzed, focusing on the effectiveness of integrating the viscoelastic layer. Next, fatigue tests up to failure and cyclic tests with loading increments are performed.

The evolution of stiffness and damping coefficient as a function of the number of cycles and loading conditions is analyzed for composites with and without viscoelastic layers. Vibration tests are conducted to analyze the modal properties of the composites. The Young's modulus and loss factor are determined at resonance peaks based on frequency, allowing evaluation of the effectiveness of the viscoelastic layer in damping vibrations. The effect of temperature variation on the mechanical behavior of all composites is studied in static, fatigue, and vibration scenarios. The results of the various tests show that the mechanical characteristics are highly dependent on temperature. This effect is more pronounced in composites with viscoelastic layers. The final part of this work examines the impact resistance of the composites under different energy levels. Analysis of internal and external damage shows that composites with viscoelastic layers have better energy absorption capacity but higher deformation levels compared to composites without viscoelastic layers.