

École polytechnique de Louvain

Élaboration et caractérisation d'une résine époxy biosourcée renforcée de fibres longues : de la fibre de carbone à celles de lin et de basalte

Auteur: **Cyril VANDER BORGHT**

Promoteur: **Thomas PARDOEN**

Lecteurs: **Vincent DESTOOP, Wael BALLOUT, Bernard NYSTEN**

Année académique 2020–2021

Master [120] : ingénieur civil mécanicien

Remerciements

Au terme de ce travail, j'aimerais remercier le Professeur Thomas Pardoën, promoteur de ce mémoire de Master, de m'avoir proposé ce sujet et accueilli dans son laboratoire. L'élaboration et la caractérisation d'une résine époxy biosourcée renforcée de fibres longues : de la fibre de carbone à celles de lin et de basalte, m'a initié au travail de recherche dans sa dimension de curiosité, de rigueur et de réflexion.

Mes remerciements vont aussi à Vincent Destoop qui nous a accompagnés, conseillés et encouragés tout au long de ce travail expérimental. La réalisation du mémoire parallèle de Lara Mazy nous a permis d'animer nos discussions dans une atmosphère sereine.

Je remercie également mes lecteurs, Vincent Destoop, Wael Ballout et Bernard Nysten pour le temps qu'ils vont consacrer à ce travail et les réflexions qui en découleront.

Je tiens également à remercier Pascal Van Velthem et Wael Ballout pour leur grande aide lors de la fabrication des plaques composites. A eux s'ajoutent, les chercheurs et les techniciens de l'IMAP et du LEMSC. Parmi eux, je tiens à remercier tout particulièrement Quentin Mestrez pour les nombreux essais mécaniques réalisés sur composites et Jonathan Lorfevre pour la confection des pralines de microdureté et leur polissage. Un tout grand merci aussi à Alban Maton pour l'usinage des premières plaques composites, à Laurence Ryelandt pour les observations au SEM et à Michaël Coulombier pour les essais de traction effectués sur tribomètre.

A côté de tout le personnel de l'université qui m'a aidée, je tiens aussi remercier Lara Mazy pour toutes les discussions que nous avons eues ensemble en raison de la complémentarité de nos mémoires.

Enfin, un grand merci aux personnes de mon entourage qui m'ont soutenu dans la rédaction de ce mémoire en y consacrant une partie de leur temps et de leur savoir.

Abstract

Long fiber-reinforced epoxy composites are widely used in many sectors such as automotive and aerospace due to their mechanical properties and light weight. Recently, new epoxy resins described as bio-sourced have entered the market. Significant attention is given to them because of their reduced impact on the environment compared to petroleum-based resins.

This work focuses on the development and mechanical characterization of flax, basalt or carbon fiber laminates designed with a 38% biosourced thermosetting resin by the hand lay-up manufacturing method. They have 4, 8 ou 12 layers. The fabrics used as reinforcements were 2×2 twill weaves for flax and basalt and satin 5 for carbon. The mechanical behavior of these composites was studied through numerous mechanical tests such as uniaxial tensile, compression with combined loading, 3-point bending, apparent interlaminar shear strength (ILSS), in-plane shear and Vickers hardness by micro-indentation. The flax and basalt yarns used in the textile reinforcements, as well as the elementary fibers and filaments composing them, were also characterized by tensile tests. The results showed that the hand lay-up manufacturing technique gave a good reproducibility of the stress-strain curves when the tests are not very sensitive to the laminate elaboration parameters. However, due to some difficulties encountered during the cutting of the specimens, and the resulting damage, the properties obtained must be taken with caution. This work provides preliminary data and constitutes a first step in the development of partially biosourced composite materials at UCLouvain.

Résumé

Les résines époxy renforcées de fibres longues sont largement utilisées dans de nombreux secteurs tels que l'automobile et l'aérospatial, en raison de leurs propriétés mécaniques et de leur légèreté. Récemment, de nouvelles résines époxy qualifiées de biosourcées ont pris place sur le marché. Une attention significative leur est accordée en raison de leur impact réduit sur l'environnement comparé aux résine d'origine pétrolière.

Ce travail porte sur l'élaboration et la caractérisation mécanique de stratifiés en fibres de lin, basalte ou carbone conçus à l'aide d'une résine thermodurcissable biosourcée à 38% par la méthode de fabrication hand lay-up. Ils comptent 4, 8 ou 12 couches. Les tissus utilisés comme renforts étaient en armure sergée 2×2 pour le lin et le basalte et satin 5 pour le carbone. Le comportement mécanique de ces composites a été étudié grâce à de nombreux tests mécaniques tel que des essais de traction uniaxiale, de compression avec chargement combiné, de flexion 3 points, de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS), de cisaillement dans le plan et de dureté Vickers par micro-indentation. Les fils de lin et de basalte utilisés dans les renforts textiles, ainsi que les fibres élémentaires et filaments les composant ont également été caractérisés grâce à des essais de traction. Les résultats ont montré que la technique de fabrication hand lay-up donnait une bonne reproductibilité des courbes Contrainte-Déformation lorsque les essais sont peu sensibles aux paramètres d'élaboration du stratifié. Cependant, en raison de certaines difficultés rencontrées lors de la découpe des éprouvettes, et des dommages qui en résultent, les propriétés obtenues doivent être prises avec précaution. Ce travail permet d'avoir des données préliminaires et constitue un premier pas dans le développement de matériaux composites partiellement biosourcés à l'UCLouvain.

Table des matières

1	Introduction	1
2	État de l'art	4
2.1	Matériaux composites	4
2.2	Les fibres naturelles	5
2.3	Fibre de lin	6
2.3.1	Situation générale	6
2.3.2	Procédé d'obtention	7
2.3.3	Structure et composition	9
2.3.4	Propriétés mécaniques	11
2.4	Fibre de basalte	14
2.4.1	Situation générale	14
2.4.2	Procédé d'obtention	16
2.4.3	Structure et composition	19
2.4.4	Propriétés mécaniques	19
2.5	Fibre de carbone	22
2.5.1	Situation générale	22
2.5.2	Procédé d'obtention	24
2.5.3	Structure et composition	26
2.5.4	Propriétés mécaniques	27
2.6	Résines époxy biosourcées	30
2.6.1	Résine époxy	31
2.6.2	Propriétés des époxydes biosourcés	32
2.6.3	Comportement mécanique et mécanismes de déformation des polymères vitreux	33
2.7	Architectures textiles des renforts	35
2.7.1	Définitions	36
2.7.2	Les armures fondamentales	36
2.7.3	Influence de la torsion	37
2.7.4	Influence de l'ondulation	38
3	Portée du travail	39

4	Matériaux et méthodes	41
4.1	Matériaux	41
4.1.1	Résine bio-époxy	41
4.1.2	Tissu lin	41
4.1.3	Tissu basalte	42
4.1.4	Tissu carbone	42
4.2	Méthodes	43
4.2.1	Préparation des éprouvettes composites	43
4.2.2	Préparation des éprouvettes fibres élémentaires/ fils	47
4.2.3	Préparation des pralines pour la micro dureté	49
4.2.4	Microscopie électronique à balayage	49
4.2.5	Essai de traction sur des fibres élémentaires et fils	50
4.2.6	Essai de traction uniaxiale sur les éprouvettes composites	51
4.2.7	Essai de compression avec chargement combiné (CLC)	53
4.2.8	Essai de flexion 3 points	56
4.2.9	Essai de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS)	58
4.2.10	Essai de cisaillement dans le plan (IPS)	60
4.2.11	Essai de dureté Vickers par micro indentation	63
5	Résultats et discussion	64
5.1	Propriétés et comportements en traction des fibres élémentaires et fils	64
5.2	Remarques sur la préparation des éprouvettes composites	67
5.3	Propriétés et comportements en traction des éprouvettes composites	68
5.4	Propriétés et comportements en compression	72
5.5	Propriétés et comportements en flexion	74
5.6	Caractérisation de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent	77
5.7	Propriétés et comportements en cisaillement plan	80
5.8	Dureté Vickers par micro-indentation	81
6	Conclusion et perspectives	83
	Bibliography	118

Introduction

De nos jours, le changement climatique est devenu un sujet de préoccupation prépondérant dans notre société. Pour lutter contre celui-ci, la minimisation de notre impact environnemental joue un rôle essentiel. Un élément important lié à cet objectif est la sélection de matériaux plus écologiques lors de la conception de nouveaux produits. En effet, il s'agit d'une part majeure de la consommation énergétique, des émissions de polluants et de l'utilisation des ressources terrestres. Cependant, nous ne pouvons pas réduire l'impact du matériau sélectionné sur l'environnement sans tenir compte des contraintes d'ingénierie de l'application. En d'autres mots, cela ne doit pas être fait au détriment des performances visées.

Les matériaux composites à matrice polymère (PMC's) sont directement touchés par cette problématique. En effet, leur matrice est habituellement constituée de résine thermodurcissable et plus particulièrement de résine époxy, composée d'hydrocarbures fossiles provenant du pétrole. Cette résine renforcée de fibres carbone, également pétro-sourcée est pourtant largement utilisée dans l'industrie pour des applications structurelles, notamment dans les secteurs de l'automobile, de l'aérospatiale, de l'aéronautique, mais également pour des équipements sportifs de haut niveau, etc. Ces composites sont appelés Carbon fibre reinforced polymer (CFRP). En raison de leurs excellentes résistances et rigidités spécifiques, ils remplacent de plus en plus les alliages métalliques et métaux dans ces différentes applications. La Figure 1.1 illustre l'augmentation de leur utilisation dans le domaine de l'aéronautique commerciale entre 1960 et 2015 pour plusieurs modèles d'avions. Un saut de plus de 20% y est observé en 2009 avec le premier vol d'un Boeing 787 qui utilise pour son fuselage et ses ailes des matériaux composites représentant environ 50% de sa masse. Le dernier en date est l'Airbus A350 dont les matériaux composites comportent près de 53% de sa structure primaire [1].

Ces matériaux composites permettent une réduction de la masse tout en maintenant de hautes performances. D'un autre côté, ils présentent également certains inconvénients. En plus, d'être un produit dérivé du pétrole, les résines époxy sont majoritairement formulées de diglycidyle éther de bisphénol A (monomère DGEBA), obtenu à partir du bisphénol A qui présente une forte toxicité [2]. En outre, leur recyclage est extrêmement difficile et énergivore.

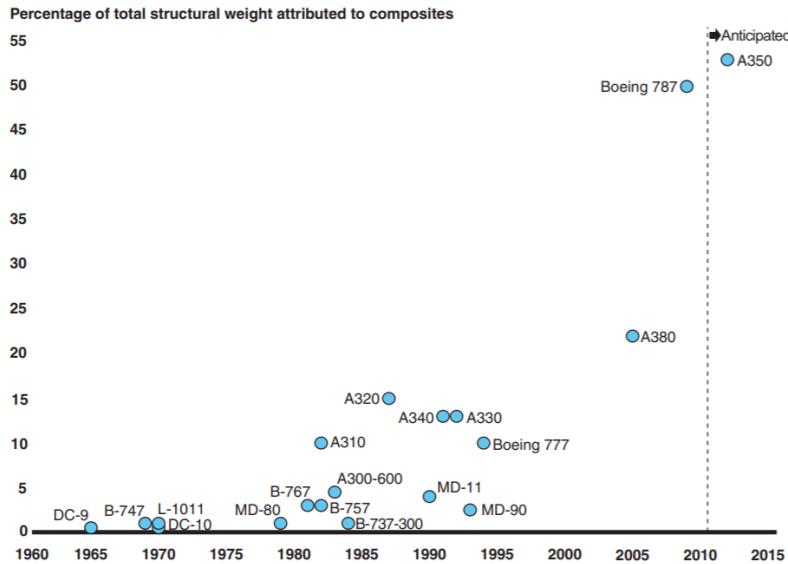


FIGURE 1.1 – Pourcentage du poids total de la structure attribué aux composites pour différents modèles d’avions commerciaux en fonction de l’année du premier vol (les pourcentages sont approximatifs) [1].

Suite à l’intérêt grandissant pour les CRFP à matrice époxy et aux préoccupations environnementales de plus en plus marquées dans notre société, l’ensemble de ces éléments pousse l’industrie à développer des produits ayant un impact carbone réduit. Cette tendance est suivie par le projet Macobio, auquel ce mémoire de master est lié. Il vise à étudier et développer des matériaux composites à matrice thermoplastique et thermodurcissable à partir de résines biosourcées et de fibres naturelles sous différentes formes telles que le lin, le jute ou le chanvre [3][4]. Ce travail entre dans la continuité de ceux de Van Innis [4] et de Jost [5] dont l’objectif était la détermination des propriétés et la compréhension des mécanismes de rupture ayant lieu dans la résine époxy biosourcée InfuGreen 810 commercialisée par la société française *Sicomini*TM. Cette thèse de master qui est complémentaire au travail de Mazy [6] se concentre sur la conception des plaques composites conçues à partir de cette même résine, renforcée de fibres de lin, basalte ou carbone. Une première investigation concernant ces nouveaux matériaux composites est ainsi entreprise au sein de l’Université catholique de Louvain-la-Neuve (UCLouvain). Elle a pour but d’obtenir certaines propriétés mécaniques afin de débiter leur caractérisation.

Objectifs

C’est dans le cadre du projet Macobio (fonds FEDER) que s’inscrit ce travail. L’objectif principal est de concevoir les premières plaques composites en résines époxy biosourcées InfuGreen 810 renforcées de fibres de lin, basalte ou carbone au sein de l’UCLouvain et d’en évaluer certaines propriétés mécaniques. Plusieurs facteurs sont également étudiés pour comprendre leurs impacts sur ces mêmes propriétés telles que le séchage des fibres de lin et le dégazage de la résine. Différentes étapes jalonnent la démarche suivie pour atteindre cet objectif :

- conception des plaques composites ;

- usinage des éprouvettes ;
- essais mécaniques sur ces dernières ;
- discussion des résultats obtenus.

Grandes lignes

Après la mise en situation faite dans cette introduction, le chapitre 2 fournit le contexte nécessaire au présent travail via :

- un mot introductif sur les matériaux composites ;
- un rapide aperçu sur les fibres naturelles ;
- une description des différentes fibres utilisées comme renforts ;
- une présentation des résines époxy biosourcées ;
- une brève exposition des architectures textiles employées pour les fibres.

Le chapitre qui suit est consacré à la portée de ce travail tandis que le chapitre 4 présente les matériaux et méthodes relatifs aux expériences menées lors de la réalisation de ce mémoire de Master. Les résultats expérimentaux obtenus sont ensuite présentés et discutés dans le chapitre 5. Finalement, une conclusion du travail réalisé est effectuée au chapitre 6 et des perspectives sont données pour la suite des recherches concernant ces nouveaux matériaux composites.

2.1 Matériaux composites

Un matériau composite est l'association d'au moins deux phases physiques distinctes, à savoir d'un matériau de liaison (matrice) renforcée d'un matériau sous forme de fibres, de granules ou de lamelles (renforts) [7]. La résistance mécanique des renforts est élevée comparée à celle de la matrice ce qui lui confère d'excellentes propriétés mécaniques pour une faible densité (propriétés spécifiques). La matrice permet de transmettre la charge appliquée sur le matériau composite aux renforts, de les protéger des détériorations dues au milieu extérieur ainsi que de maintenir leur disposition géométrique tandis que les renforts supportent l'essentiel des efforts mécaniques. Les propriétés mécaniques des matériaux composites dépendent directement des caractéristiques de ses constituants et de la qualité de l'interface renfort-matrice [7].

Les matériaux composites ont l'avantage de pouvoir être façonnés selon les exigences du concepteur dans le but d'obtenir les caractéristiques souhaitées résultant de l'association "renfort/matrice" au travers de différents aspects tels que [7] :

- les proportions de renforts et de matrice ;
- le conditionnement du renfort ;
- le processus de fabrication.

Les résines polymères thermodurcissables et en particulier les époxy sont largement utilisées dans l'industrie. En effet, les époxy possèdent des propriétés mécaniques supérieures aux autres résines thermodurcissables avec un module élastique de $4500 [MPa]$ et une résistance à la traction de $130 [MPa]$ [8]. La famille des résines thermodurcissables font intervenir une polymérisation irréversible rendant le recyclage difficile ce qui constitue un désavantage probant. Elle est tout de même préférée aux résines thermoplastiques dans le domaine des matériaux composites techniques tel que les composites stratifiés. En effet, l'imprégnation du renfort sous forme de fibres avec une résine thermoplastique à l'état fondu est délicate en raison de sa viscosité élevée [9].

Les renforts assurant la tenue mécanique du matériau composite sont essentiellement sous forme de fibres courtes ou longues. Ces dernières se différencient également selon leur nature chimique reprise dans le tableau 2.1.

	Fibres organiques	Fibres inorganiques
Fibres naturelles	Coton, Lin, Chanvre, Soie	Aminante, Basalte
Fibres synthétiques	Aramides, Polyester	Fibres de carbone, de verre
Fibres artificielles	Viscose, Acétate de cellulose	

TABLE 2.1 – Récapitulatif de différentes natures chimiques de fibres [10]

Ce tableau ne prend pas en compte les fibres métalliques qui peuvent également servir de renfort dans un matériau composite. De nos jours, les fibres abondamment utilisées dans les composites de grande diffusion sont celles inorganiques d'origine synthétique telle que les fibres de verre en raison de leur ratio performance mécanique/coût très intéressant. Les fibres de carbone et de kevlar ont quant à elles des caractéristiques mécaniques élevées permettant la conception de composites hautes performances. Le tableau 2.2 illustre les propos avancés ci-dessus.

	Verre "E" ¹	Carbone "HR" ²	Carbone "HM" ³	Kevlar 49
E [GPa]	74	230	390	130
σ_r [MPa]	2500	3200	2500	2900
Densité [–]	2.5	1.8	2.16	1.45
Prix [€/kg]	2	40 - 150		50

TABLE 2.2 – Module de Young E , contrainte de rupture σ_r , densité et prix des fibres de verre "E", de kevlar, de carbone "HR" et "HM" [7]

2.2 Les fibres naturelles

L'émergence d'une alternative aux renforts habituellement utilisés dans les composites conventionnels est devenue un enjeu primordial suite à l'importance grandissante des questions relatives au respect de l'environnement. En effet, ces renforts proviennent de ressources non renouvelables et leur production nécessite une importante quantité d'énergie. La réalisation de ces renforts peut être également accompagnée de sous-produits généralement nocifs. Ainsi, l'élaboration des fibres de verre passe par la production de filaments obtenus par filage de verre en fusion. La température de fusion du verre est supérieure à $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ce qui rend la production de ces fibres très énergivore. Il en va de même pour la production de fibres de carbone obtenues à partir de la distillation de houille ou de pétrole et avec une température de processus pouvant atteindre les $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ [7]. C'est notamment au travers de ces constatations que se justifie l'utilisation de fibres naturelles comme renfort de matériaux composites.

Ces fibres ont l'avantage d'être neutres vis-à-vis des émissions de CO_2 dans l'atmosphère puisque la quantité de dioxyde de carbone émis lors de leur combustion ou biodégradation est égale à celle que la plante absorbe lors de sa croissance. Elles sont également produites en grande quantité avec une production mondiale en

-
1. Verre employé pour les applications courantes
 2. Carbon Haute Résistance - HR
 3. Carbone Haut Module - HM

2018 d'environ 32 millions de tonnes selon la DNFI (l'Initiative Découvrir les fibres naturelles), les rendant excessivement accessibles [11]. Cependant, seules certaines d'entre elles possèdent des propriétés mécaniques suffisantes pour un usage comme renfort de matériaux composites. Ainsi, l'intérêt est porté d'avantage sur les fibres qui ont une fonction structurelle dans la nature notamment celles provenant des tiges, feuilles et fruits qui présentent des propriétés mécaniques attrayantes. La compréhension de leur microstructure permet de mettre en lumière l'origine de ces propriétés. Elle sera vue de manière simplifiée dans une sous-section consacrée à la fibre de lin. La fibre végétale est principalement composée d'hémicellulose, de pectine et de cellulose comme le montre le tableau 2.3. Une forme cristalline uniquement présente dans la cellulose confère à la fibre ses propriétés mécaniques intéressantes [9].

Fibre	Pectine [%]	Hémicellulose [%]	Cellulose [%]
Lin	2 - 20	5 - 20	64 - 85
Chanvre	0.8 - 17	10 - 23	58 - 85
Jute	0.2 - 1	11 - 15	61 - 75
Coton	0 - 5.7	3 - 6	82 - 99
Bambou	-	24 - 28	42 - 50

TABLE 2.3 – Composition en hémicellulose, pectine et cellulose des fibres de lin, chanvre, jute, coton et bambou (pourcentage massique) [12]

Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles sont classifiées en trois grands groupes dépendant de leur origine [13] :

- Les fibres **végétales** subdivisées entre :
 - les fibres provenant des poils séminaux de graines telles que le coton ;
 - les fibres libériennes venant de tiges de plantes où nous retrouvons le lin, le jute et le chanvre ;
 - les fibres dures extraites de feuilles, troncs ou enveloppes de fruits tels que le sisal, le bambou ou encore la noix de coco ;
- Les fibres **animales** provenant des poils ;
- Les fibres **minérales** dont font parties les fibres de basalte ;

Dans le cadre de ce mémoire de Master, nous nous pencherons davantage sur les fibres végétales libériennes et plus particulièrement sur la fibre de lin. Nous nous intéresserons également à la fibre de basalte appartenant au groupe des fibres minérales.

2.3 Fibre de lin

2.3.1 Situation générale

Parmi les fibres végétales remplissant les conditions requises pour renforcer des matériaux composites, nous pouvons citer la fibre de lin, de chanvre et de jute. Le tableau 2.4 reprend certaines propriétés ainsi que la masse volumique de ces dernières. La fibre de lin est une candidate de choix parmi les fibres végétales libériennes. En plus de posséder les avantages environnementaux liés aux fibres naturelles, elles

rivalisent au travers de ses propriétés spécifiques (c.-à-d. propriété/densité) avec la fibre de verre grâce à une faible densité comparée à celle-ci (voir tableau 2.2). C'est notamment pour cette raison qu'elle a été utilisée en 1941 par la firme automobile Ford pour la conception de la « Soybean Car », un prototype dont la carrosserie était 100 [%] biosourcée [14]. L'entrée en guerre des Etats-Unis freine l'essor de la fibre de lin au profit des fibres synthétiques qui présentent les avantages d'être plus stables thermiquement et moins hydrophiles. Par la suite, les composites renforcés par des fibres de lin connaissent un regain d'intérêt avec la prise de conscience écologique de ces trente dernières années.

	Lin	Chanvre	Jute	Coton	Bambou
E [GPa]	30 - 110	60 - 70	10 - 30	6 - 13	1.3
σ_r [MPa]	400 - 2000	389 - 1100	393 - 800	300 - 600	140 - 800
Densité [-]	1.4 - 1.54	1.07	1.44	1.5 - 1.6	0.8 - 1.0

TABLE 2.4 – Module de Young E , contrainte de rupture σ_r et densité des fibres de lin, chanvre, jute, coton et bambou [12] [15]

Leur utilisation se justifie également au travers de la valorisation des ressources locales. Selon le site de statistiques mondiales "Planétoscope", la production de fibres de lin est d'environ 150 000 tonnes par an, dont près de 2/3 provient d'Europe [16]. En effet, leur production nécessite un climat tempéré et humide pour pousser de manière optimale. Ce type de climat est présent en Europe à proximité du littoral de la Baltique, de la mer du Nord et de la Manche. Une grande partie du lin européen provient de la Russie et de la Biélorussie. Cependant, les fibres venant d'Europe occidentale (France, Belgique, Pays-Bas) sont réputées pour être de qualité supérieure [17]. La fibre de lin est majoritairement employée dans le textile, mais également destinée à l'industrie. Ainsi, environ 10% des fibres de lin sont dévoués aux débouchés techniques tels que l'industrie de la construction, de l'automobile, navale, etc [9].

Un inconvénient probant de la fibre de lin provient de son caractère naturel. En effet, ses caractéristiques sont dispersées selon son origine, sa variété, ses conditions de croissance et de récolte, aux techniques d'extraction employées, mais également associées aux post-traitements subis. Pour exemple, les dimensions des fibres de lin varient suivant la zone de prélèvement dans la plante (pied, centre, tête). Or le module de Young et la résistance à la rupture sont fonctions du diamètre de la fibre [13]. Les traitements que subissent les fibres par la suite peuvent cependant réduire la dispersion des propriétés [18].

2.3.2 Procédé d'obtention

Les semis du lin ont lieu généralement entre mars et avril, la plante met seulement une centaine de jours pour arriver à maturité. A ce stade, les tiges mesurent environ 1 [m] et entre 1 et 2 [mm] de diamètre [12]. Le lin ayant un cycle de croissance de courte durée, il est particulièrement sensible aux conditions climatiques ainsi qu'à la fertilité du sol. Celles-ci déterminent la longueur finale atteinte par la tige [21]. La plante peut ainsi s'accroître de plusieurs centimètres par jour sous des conditions favorables. La maturité de la plante est atteinte aux alentours de juillet,



FIGURE 2.1 – Illustration des différentes étapes de traitement des fibres de lin : a. Arrachage, b. Rouissage, c. et d. Teillage, e. et f. Peignage (image retravaillée) [19] [20]

les tiges de lin sont ensuite récoltées et placées au sol en andains. Au sein de la tige, les fibres de lin sont organisées en faisceaux.

Pour extraire les fibres de lin de la tige de la plante, plusieurs étapes sont nécessaires, à savoir l'arrachage, le rouissage, le teillage et le peignage (voir figure 2.1). C'est durant la phase d'arrachage que le plante est extraite de la terre. Une préférence est portée sur l'arrachage plutôt que sur la coupe pour préserver au mieux les fibres présentes dans la partie basse des tiges [22]. Une fois les tiges arrachées, elles sont ensuite laissées en andain sur le sol, il s'agit du rouissage. Cette étape correspond à la macération subie par les tiges afin de faciliter l'extraction des fibres. Ainsi, c'est avec l'alternance de la pluie et du soleil que le lin va commencer à rouillir, les microorganismes présents dans le sol (champignons et bactéries) se développent alors sur les tiges. Au fil des jours, ils sécrètent des enzymes qui fragilisent le ciment pectique entourant les faisceaux de fibres, ce qui facilite l'extraction mécanique des fibres [23]. Le teillage correspondant à cette étape mécanique d'extraction conduit à la séparation des différents constituants de la plante et permet ainsi d'isoler les fibres longues des fibres courtes. L'opération du rouissage est déterminante pour la qualité du lin, car si elle n'est pas suffisante, une sollicitation plus forte est nécessaire pour extraire les fibres, ce qui peut générer des dommages et par conséquent réduire leurs propriétés mécaniques. Cependant, la phase rouissage doit également être limitée pour ne pas dégrader les fibres. L'étape de peignage a pour but de rendre parallèle, de régulariser et d'étirer la fibre de lin sous forme de rubans appelés "mèches". Des opérations complémentaires de mise en forme peuvent ensuite être effectuées telles que la filature et le tissage. L'objectif de la filature est de transformer les fibres en fil en appliquant une torsion sur les mèches. Ces fils peuvent ensuite être tissés pour obtenir différentes architectures de renfort telles que des toiles, des sergés, des satins, etc [21].

2.3.3 Structure et composition

La structure du lin peut être analysée sous plusieurs échelles, de la tige à la microfibrille. Elles sont illustrées à la figure 2.2).

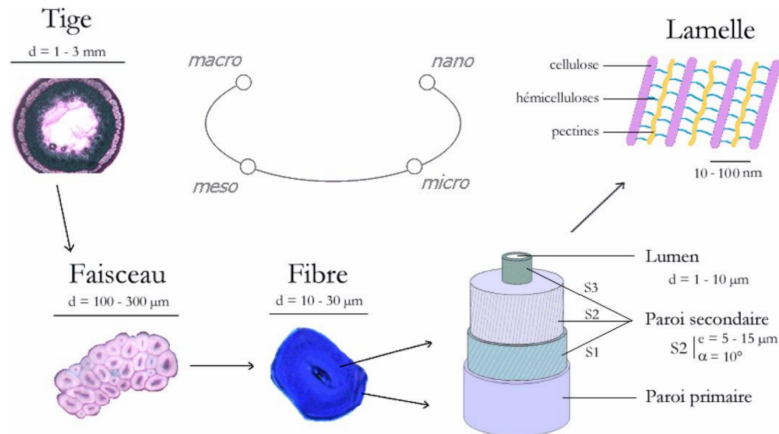


FIGURE 2.2 – Structure multiéchelles de la fibre de lin : de la tige à la microfibrille [15]

La section de la tige de lin comprend plusieurs couches concentriques illustrées à la figure 2.3, avec de l'extérieur vers l'intérieur : l'épiderme, le cortex, le phloème, le cambium, le xylème et finalement une lacune centrale. Chacune de ces couches remplit une fonction particulière de la plante telle que l'épiderme qui est une membrane protectrice tandis que le cortex renforce les systèmes de respiration de la plante, etc. Le phloème contient des faisceaux composés de fibres élémentaires qui assurent la rigidité de la plante.

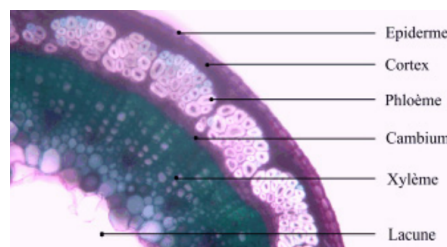


FIGURE 2.3 – Coupe transversale d'une tige de lin avec une vue sur l'épiderme, le cortex, le phloème, le cambium, le xylème et la lacune [15]

Après le traitement, les fibres de lin obtenues peuvent être définies comme des fibres élémentaires ou techniques selon qu'elles soient composées d'une ou de plusieurs fibres unitaires [24]. Cette distinction est importante, car leurs propriétés mécaniques sont très différentes. Les fibres techniques sont obtenues après la séparation partielle des faisceaux extirpés de la tige de lin lors de leur traitement. Il s'agit de fibres fines et longues faites de 10 à 40 fibres élémentaires comme l'illustre la Figure 2.4. La résistance à la rupture ainsi que le module d'élasticité des fibres élémentaires et techniques sont résumés ci-dessous :

- Fibre élémentaire : résistance à la rupture de 1500 à 1800 MPa et module d'élasticité de 60 à 80 GPa [25] ;

- Fibre technique : résistance à la rupture comprise entre 800 et 1500 MPa et module d'élasticité entre 55 et 75 GPa.

Les plus faibles propriétés mécaniques des fibres techniques sont probablement dues à l'interphase de pectine relativement faible et souple qui lie les fibres élémentaires ensemble.

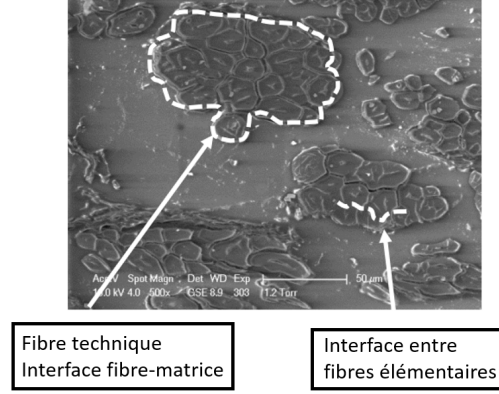


FIGURE 2.4 – Image SEM d'une "fibre technique" et de ses fibres élémentaires constitutives [24]

La section d'une fibre élémentaire de lin est polygonale non constante avec 5 à 7 côtés ou elliptique [15]. Son diamètre moyen varie entre 10 et 30 $[\mu m]$ pour une longueur moyenne comprise entre 10 et 70 $[mm]$ ce qui confèrent à la fibre de lin un facteur de forme (c.-à-d. longueur/diamètre) supérieur à celui de nombreuses autres fibres végétales [26]. Ce rapport est un critère incontournable en vue de l'utilisation des fibres de lin comme renfort dans des matériaux composites. En effet, avec un facteur de forme élevé, une plus grande surface de contact entre les fibres et la matrice sera obtenue conférant un meilleur transfert de charges entre celles-ci [12].

La structure de la fibre élémentaire est faite d'un empilement de couches concentriques au centre duquel se trouve une cavité creuse appelée lumen. Ces couches concentriques ont une structure semblable à un matériau composite dans lequel les microfibrilles de cellulose renforcent une matrice amorphe composée principalement de pectine, d'hémicellulose et de lignine. Les hémicelluloses constituent une interface entre les renforts et la matrice assurant ainsi la cohésion entre les microfibrilles (voir Figure 2.5) [23].

La fibre unitaire est composée de deux couches principales : la paroi primaire et la paroi secondaire (voir Figure 2.5). La paroi primaire correspond à la couche externe assez fine, avec une épaisseur de l'ordre de 0.2 $[\mu m]$ [26]. Elle est principalement constituée de pectines et renferme peu de cellulose avec un taux entre 8 et 14 [%] [9]. Au sein de cette paroi, les microfibrilles sont orientées de manière aléatoire. La paroi secondaire est subdivisée en trois sous-parois (S1, S2 et S3) qui se distinguent par l'orientation des microfibrilles de cellulose qu'elles contiennent et par leur épaisseur. Elle représente la majeure partie de la fibre avec une épaisseur de 5 à 15 $[\mu m]$ et sa concentration en cellulose varie entre 65 et 85 [%] [9]. Les microfibrilles, ordonnées de manière hélicoïdale et parallèles les unes aux autres, forment l'angle microfibrillaire θ avec l'axe de la fibre. Parmi les sous-couches, S2

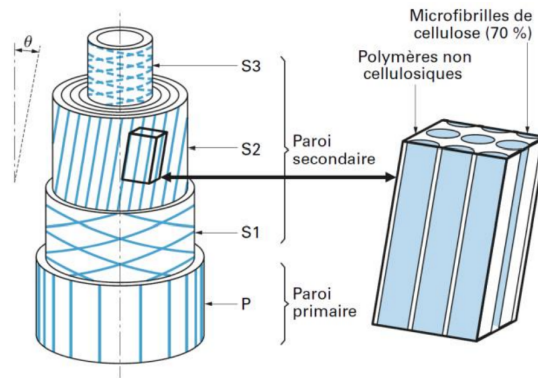


FIGURE 2.5 – Représentation de l’empilement de couches concentriques constituant la fibre élémentaire de lin et de l’orientation des microfibrilles en leur sein [13]

est la plus épaisse et son angle microfibrillaire est d’environ 10° alors qu’il est beaucoup plus important et moins bien défini dans les couches S1 et S3 (entre 30° et 70°) [27].

En raison d’un taux de cellulose élevé et de son angle microfibrillaire faible, S2 est la sous-paroi qui contribue majoritairement aux performances mécaniques de la fibre [9] [12]. Parmi les fibres végétales, la fibre de lin fait partie de celles les plus riches en cellulose avec un taux allant de 64 à 85 [%] ce qui lui confère des propriétés mécaniques intéressantes. Un récapitulatif des compositions biochimiques observées dans la littérature pour la fibre de lin est proposé par Thuault (voir Tableau 2.5) [12]. Les écarts pour un même résultat sont dus à différents paramètres tels que la prise en compte ou non de la présence de l’eau structurale dans les calculs, la variété étudiée, les méthodes et conditions dans lesquelles ont été déterminées la biocomposition, etc.

Cellulose	Hémicelluloses	Pectines	Lignine	Cire	Eau
64 - 85	5 - 20	2 - 20	0 - 5	1 - 2	8 - 10

TABLE 2.5 – Composition biochimique en pourcentage massique de la fibre de lin [12]

2.3.4 Propriétés mécaniques

Certaines propriétés mécaniques de la fibre de lin sont reprises dans le tableau 2.6 ainsi que sa masse volumique. Leur grande variabilité est due à de nombreux facteurs tels que [9] [15] :

- les conditions de cultures et climatiques durant la croissance du lin : variété de semis, richesse du sol, traitements phytosanitaires, ensoleillement, température, pluviométrie, ... Elles influencent la composition chimique (teneur en cellulose, degré de cristallinité, etc.) ou la structure (angle microfibrillaire, forme des sections, etc.) qui conditionnent ensuite le comportement mécanique de la fibre ;
- les étapes d’élaboration : rouissage, teillage, peignage, ... Elles peuvent faire apparaître des défauts dans la fibre affectant la résistance mécanique.

Les propriétés mécaniques de la fibre varient également selon la zone où elle a été extraite le long de la tige [28]. Une meilleure rigidité et résistante sont obtenues avec les fibres situées au milieu de la tige. En effet, elles présentent à la fois un diamètre et un taux de remplissage en cellulose plus importants comparées aux autres fibres. Cela est dû à une croissance optimale de ces fibres qui ont eu de meilleures conditions climatiques et une période suffisamment longue pour se développer pleinement [28].

D'autre part, la géométrie de la fibre a également un impact sur ses propriétés. Une études menée par Charlet a montré une tendance du module de Young et de la contrainte à rupture à diminuer avec l'augmentation du diamètre moyen de la fibre [15]. Le terme de "diamètre moyen" est employé, car le diamètre de la fibre peut varier suivant sa localisation dans la tige ainsi que le long de la fibre elle-même. L'influence du diamètre sur la contrainte à rupture peut s'expliquer par le fait qu'une fibre plus large est plus susceptible de contenir un gros défaut et donc de casser rapidement. En effet, Baley a démontré que c'est la taille du plus gros défaut et non pas le nombre de défauts qui entraîne une rupture prématurée de la fibre [29].

Propriété physique	
Masse volumique ρ [kg/m^3]	1420 - 1520
Propriétés mécaniques	
Module de Young E [GPa]	27 - 80
Module de cisaillement G [GPa]	1.27 - 1.54
Coefficient de Poisson ν [$-$]	0.35 - 0.36
Résistance en traction σ_r [Mpa]	750 - 940
Allongement ϵ_r [% <i>strain</i>]	1.2 - 3.2

TABLE 2.6 – Propriétés mécaniques et masse volumique de la fibre lin extraites du Software Granta EduPack, niveau 3

Comportement de la fibre en traction

L'essai de traction sur une fibre de lin nécessite une cellule de faible charge (de quelques newtons) et des mors adaptés en raison des petites dimensions de la fibre. La longueur de la fibre mesure rarement plus de 20 [mm] et la vitesse de déplacement de la traverse est de l'ordre du [mm/min] [15] [12].

Une courbe contrainte-déformation typique de la fibre de lin est donnée dans la figure 2.6. L'hypothèse d'une section circulaire de l'échantillon est faite pour l'obtenir. De plus, l'essai est effectué sur une fibre élémentaire et non pas sur une fibre technique. La courbe présente deux parties linéaires séparées par une partie non linéaire. La première partie linéaire, associée au commencement du chargement de l'échantillon, correspond à une réponse élastique des parois cellulaires tandis que la partie suivante non linéaire représente une déformation visco-élasto-plastique de la fibre. Elle correspond à un réarrangement de la microstructure interne de la fibre via un alignement progressif des microfibrilles de cellulose avec l'axe de traction [30]. Enfin, la dernière partie linéaire représente la déformation élastique

des microfibrilles dans leur nouvelle disposition accompagnée d'une déformation viscoélastique de la matrice pectine-hémicellulose [12].

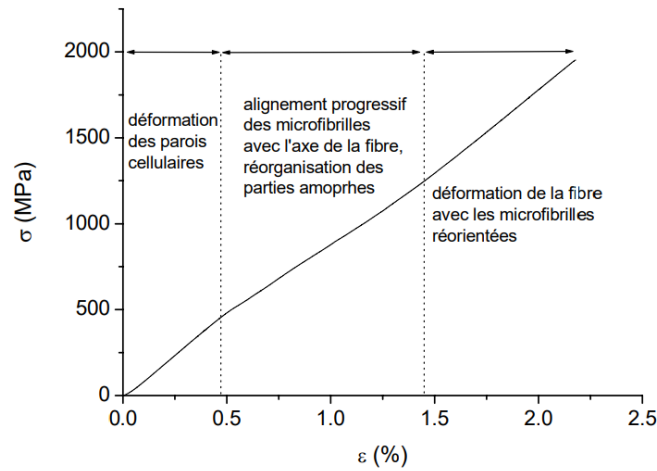


FIGURE 2.6 – Courbe Contrainte-Déformation en traction d'une fibre élémentaire de lin (variété Suzanne) [12]

Comme Thuault nous l'indique, l'angle microfibrillaire et la composition biochimique sont à l'origine des bonnes propriétés mécaniques en traction de la fibre de lin. En effet, quand l'angle microfibrillaire est faible, les microfibrilles sont quasiment sollicitées selon leur axe, elles peuvent donc supporter une charge plus importante avant de rompre. D'autre part, une déformation à la rupture plus importante peut être obtenue avec un plus grand angle microfibrillaire. Finalement, un taux élevé de cellulose confère à la fibre de bonnes propriétés mécaniques en rigidité et en résistance. Cela se justifie par le fait que la cellulose possède un module d'élasticité élevé comparé aux autres constituants du lin [12].

Influence de l'eau et de la température

La fibre de lin est connue pour être fortement hydrophile. Or l'absorption d'eau affecte directement ses propriétés mécaniques. En effet, l'eau absorbée dans les pores et les régions amorphes de la fibre fait chuter sa rigidité [31]. Elle réduit la cohésion entre les microfibrilles et transforme la matrice pectique initialement fragile en un fluide visqueux provoquant ainsi un gonflement de la fibre [15]. De plus, l'absorption d'eau provoque rapidement la formation de champignons sur la fibre dégradant ses performances mécaniques [32]. La cellulose et l'hémicellulose sont quant à elles, peu affectées par l'absorption d'eau [15]. L'absorption d'eau est un paramètre crucial lorsque la fibre de lin est employée comme renfort dans un matériau composite, car elle est susceptible d'affecter la qualité de l'interface entre les fibres et la matrice. Une interface de moins bonne qualité provoque une dégradation accélérée du composite [9].

Le séchage préalable des fibres n'est cependant pas une solution. En effet, les propriétés d'une fibre non séchée sont systématiquement supérieures à celles d'une

fibre séchée. Cela s'explique par l'apparition de dommages irréversibles dans la fibre due aux déformations thermiques provoquées par son séchage. La réhydratation de la fibre ne lui permet pas de récupérer ses propriétés initiales en raison d'une redistribution spatiale de ses composés chimiques [33] [34].

En vue de ces observations contradictoires, la teneur en eau optimale pour la fibre de lin semble être de 8 à 10%, c'est-à-dire celle de son état naturel [15].

L'augmentation de la température impacte également les propriétés mécaniques de la fibre. Au fur et à mesure que la température s'élève, les constituants biochimiques de la fibre de lin se dégradent. Ainsi à partir de 60 [°C], l'eau contenue dans la fibre commence à s'évaporer, réduisant sa cohésion structurale. A la température de 120 [°C], l'eau a totalement disparue et les cires se détériorent. La décomposition de la pectine a lieu à 180 [°C] tandis que celle de l'hémicellulose se déroule à une température estimée de 230 [°C] [35]. Finalement, la détérioration de la lignine et de la cellulose est initiée à partir de 300 à 350 [°C]. Ces températures de dégradation sont cependant des estimations, car elles varient considérablement selon les conditions expérimentales, d'un auteur à l'autre [9]. Le temps d'exposition à de hautes températures est un paramètre primordial dans la décomposition des constituants biochimiques de la fibre. En effet, pour une fibre unitaire exposée à une température de 160 [°C] durant une période supérieure à 30 minutes, une chute de sa contrainte à la rupture est observée. Pour des températures supérieures à 220 [°C], le temps d'exposition est réduit à 5 minutes avant qu'elle ne commence à se détériorer.

2.4 Fibre de basalte

2.4.1 Situation générale

Les roches magmatiques ou ignées sont formées lors du refroidissement et de la solidification de roche fondue. Cette dernière est qualifiée de magma lorsqu'elle est emprisonnée sous terre ou de lave lors de son arrivée à la surface. Deux cas distincts sont à souligner : les roches plutoniques et les roches volcaniques [36] :

- Les roches plutoniques sont formées lorsque du magma refroidit lentement sous la croûte terrestre. La faible vitesse du processus de refroidissement confère aux roches une texture grenue en leur permettant de mieux se cristalliser. Cette texture est caractérisée par des cristaux jointifs et l'absence de phase vitreuse (cristallisation complète) ainsi que par des grains visibles à l'œil nu. Parmi les roches plutoniques, la plus courante est le granite ;
- Les roches volcaniques sont des roches magmatiques refroidies rapidement lors de leur arrivée au contact de l'atmosphère ou de l'eau au cours d'une éruption. Les roches formées ont une texture microlithique, c'est-à-dire présentant une matrice vitreuse contenant des cristaux de taille microscopique (microlites). Le basalte appartient à la catégorie des roches volcaniques.

Le basalte est un terme commun utilisé pour une variété de roches volcaniques dont la couleur varie du noir au gris, en passant par le brun-rouge. Il s'agit d'une roche ignée volcanique abondante sur terre, constituant jusqu'à 33% de la croûte terrestre [37]. Une distinction entre plusieurs types de basaltes est faite sur base de

leur taux de saturation en silice [36]. La fibre de basalte peut ainsi être classifiée comme étant une fibre naturelle minérale issue de roches magmatiques volcaniques. Elle ne comporte aucun autre matériau, contrairement au verre pour lequel le dosage des constituants est nécessaire. La composition chimique du basalte est définie dans la roche elle-même ce qui simplifie la production des fibres et réduit fortement les coûts qui y sont associés [38].

Une difficulté est que la composition de la roche basaltique peut différer considérablement d'un endroit à l'autre. Cette variation est principalement due aux conditions environnementales différentes lors de la formation des roches. Bien que le basalte soit facilement disponible, seules certaines compositions peuvent être utilisées pour fabriquer des fibres continues. Ainsi, uniquement quelques dizaines de sites d'extraction contiennent du basalte qualifié comme convenant à leur fabrication [39].

La fibre de basalte a attiré l'attention en raison de son haut module de Young et sa haute résistance à la rupture ainsi que sa capacité à résister à la corrosion et aux hautes températures. De ce fait, les domaines d'application des produits conçus à partir de fibres de basalte sont très nombreux. Ils ont investi une multitude d'industries telles que l'industrie automobile, aéronautique et énergétique, la construction navale et civile, les équipements sportifs, la fabrication de pales d'éoliennes, l'électrotechnique, etc. Dans le but d'illustrer les excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques de la fibre de basalte, il est intéressant de détailler certaines de ces applications.

Industrie de l'automobile : Dans l'industrie automobile, les rovings, tissus et mâts de fibres courtes sont largement utilisés pour la production de garnitures de toit de voiture en raison de leur excellente recyclabilité. En effet, la très bonne résistance à la température et aux chocs thermiques du basalte facilitent un recyclage complet, sans pertes de performance. De plus, leur utilisation dans les plaquettes de frein et le revêtement d'embrayage est de plus en plus fréquente du fait de leur durée de vie accrue comparée aux matériaux habituellement utilisés. Cette durabilité se justifie par un facteur de friction plus élevé et plus stable, une résistance accrue aux chocs, une plage de températures de travail étendue, une résistance aux conditions chimiquement agressives ainsi qu'une faible absorption d'eau [40] [38]. La teneur en humidité des fibres de basalte est en effet inférieure à 1% [39]. Elles sont également utilisées dans les pots d'échappement pour leur excellente capacité d'isolation sonore.

Industrie de la construction : Dans la construction, le basalte est utilisé pour fabriquer des barres d'armature servant de renfort au béton, offrant ainsi une alternative à l'acier et à la fibre de verre. Les barres d'armature en basalte sont plus résistantes et légères que celles en acier. En effet, une armature en basalte d'1 kg est équivalente à 9,6 kg d'acier [39]. De plus, elles sont naturellement résistantes aux alcalis, à la rouille et aux acides. D'autre part, des fibres courtes de basalte jouent le rôle de renfort dans le béton bitumineux lors de la construction de routes. La bonne propriété d'isolation thermique du basalte en fait un matériau d'isolation très répandu dans l'industrie de la construction, traité sous forme de fibres courtes

(laine de basalte) [40]. En effet, la propriété d'isolation thermique des fibres de basalte est supérieure à celle de l'amiante autrefois utilisé comme isolant. De plus, les fibres de basalte ne présentent pas de risque pour la santé puisqu'elles sont filées avec un diamètre supérieur à 5 [μm], contrairement aux fibres d'amiante qui affectent le système respiratoire lors de leur inhalation. Malgré le fait qu'ils soient trop épais pour être respirables, il est recommandé de les manipuler avec précaution. D'autre part, les fibres de basalte n'entraînent aucune réaction toxique au contact de l'air ou de l'eau et elles ont une forte résistance à l'action des champignons et des microorganismes [41].

Industrie de l'énergie : Dans les infrastructures énergétiques, des composites renforcés de fibres de basalte peuvent être utilisés pour réaliser des pales d'éolienne combinant résistance à la corrosion et aux rayons UV avec de bonnes propriétés mécaniques tout en étant moins coûteux que celles utilisant des fibres de carbone. Ils font également concurrence aux fibres de verre-E en étant plus rigides et résistants. De plus, le basalte peut servir à la conception de matériaux composites incombustibles et ignifuges pour les centrales thermiques et nucléaires [40]. Les dispositifs de stockage des déchets nucléaires, incorporant des matériaux basaltiques peuvent également offrir une bonne protection pour la santé humaine et l'environnement puisqu'ils n'absorbent pas les radiations radioactives [39].

Industrie de l'électrotechnique : En raison d'une bonne propriété d'isolation électrique, les fibres de basalte sont utilisées pour les circuits imprimés et pour isoler des câbles électriques, prévenant ainsi les risques d'incendie. Elles conservent leurs propriétés sur une large plage de températures, ce qui les rend adaptées aux isolations à basse et à haute température [40].

L'ensemble de ces applications mettent en évidence les remarquables propriétés des fibres de basalte. Par conséquent, une attention croissante s'est portée sur elles en tant que matériau de renforcement, en particulier par rapport aux fibres de verre utilisées pour les applications courantes (E-glass) et de hautes performances (S-glass). En effet, les fibres de basalte peuvent avoir des propriétés mécaniques supérieures aux fibres de verre-E et du même ordre que celles de verre-S mais à un prix beaucoup plus proche du verre-E. D'autre part, la densité des trois types de fibre est relativement semblable.

2.4.2 Procédé d'obtention

Les fibres de basalte sont généralement produites à l'aide de deux technologies différentes : soit par soufflage avec des cylindres centrifuges, soit par un procédé de filière, assez similaire à celui utilisé pour la production de fibres de verre. La première technologie permet de fabriquer des fibres courtes bon marché aux propriétés mécaniques relativement faibles, avec un diamètre allant de 8 à 20 [μm]. La seconde technologie produit des fibres continues ayant de meilleures performances mécaniques et un diamètre compris entre 10 et 14 [μm] [39]. Les fibres ainsi obtenues sont connues sous le nom de "soie de roche volcanique" ou encore fibres dorées en raison de leur couleur brun doré [42].

La technologie Junkers illustrée à la figure 2.7.b, est un processus de fusion-

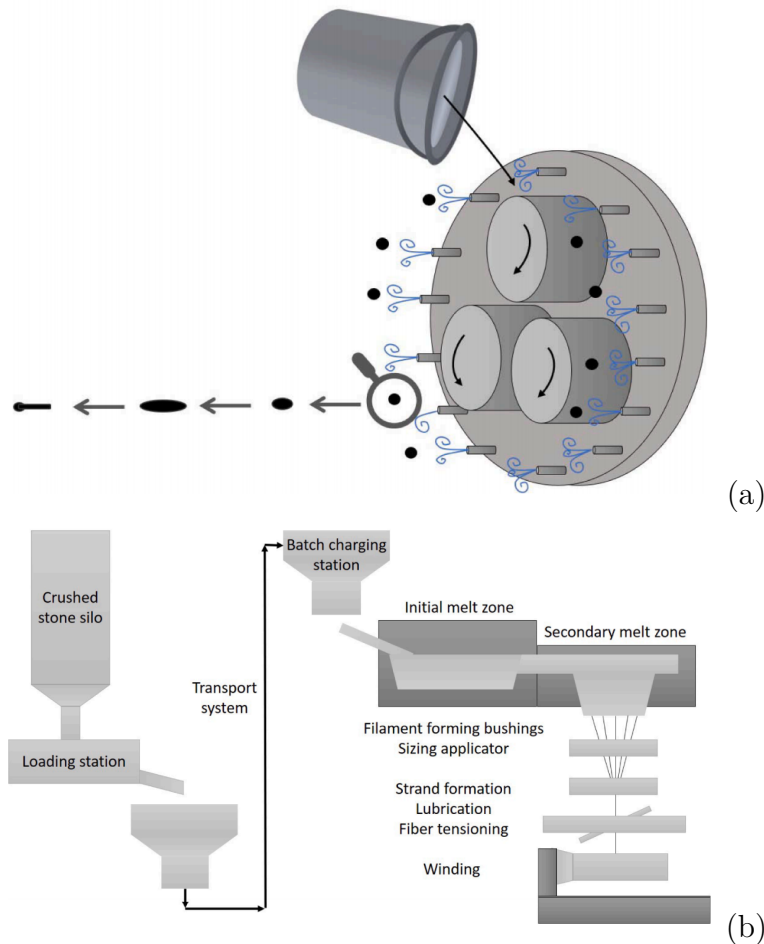


FIGURE 2.7 – Schémas simplifiés des méthodes de production de fibres de basalte : (a) Technologie Junkers, (b) Procédé de filière [38]

soufflage. Elle est composée de trois cylindres rotatifs à axe horizontal comportant un cylindre d'accélération et deux cylindres de fibrillation ainsi que d'une plaque de buse perpendiculaire à ceux-ci. Le basalte est dans un premier temps fondu pour ensuite être versé sur le cylindre accélérateur qui le transporte vers les deux cylindres sous-jacents. En raison de l'effet centrifuge provoqué par la rotation des cylindres, le basalte fondu est détaché en petites gouttes. Elles prennent une forme allongée avec une petite tête ronde à l'une ou aux deux extrémités sous l'effet des jets d'air à haute pression provenant des buses situées derrière les cylindres. Des fibres courtes sont ainsi obtenues après le processus de refroidissement [38]. L'effet de leur forme particulière sur les propriétés mécaniques du matériau composite renforcé par ses fibres est largement débattu dans la littérature. La discussion porte sur deux effets contraires. D'une part, les fibres sont plus difficiles à extraire de la matrice, améliorant ainsi les propriétés mécaniques du composite. D'autre part, des concentrations de contraintes/déformations sont induites par les fibres, conduisant à l'apparition d'éventuels dommages ce qui dégrade les propriétés mécaniques du matériau composite [38].

Pour les applications avancées, des fibres produites sous forme de filaments par un procédé de filière sont rassemblées pour former des rovings ou des fils qui peuvent

ensuite être traités par des technologies textiles (voir figure 2.7.b). B.Mahltig décrit de manière détaillée le processus de fabrication des fibres continues de basalte dans le "Chapitre 9 - Basalt Fibers" de l'ouvrage "Inorganic an Composite Fibers" [43]. La suite de cette section en résume les principales étapes. En général, il comprend : la préparation des matières premières, la fusion des pierres, l'homogénéisation de la masse fondue, le filage des fibres, l'ensimage et finalement le bobinage.

Plusieurs facteurs doivent être pris en compte pour obtenir une masse fondue homogène comme matière de départ pour le processus de filage tels que la teneur en silice et la température de fusion du basalte. En effet, contrairement aux fibres de verre pour lequel le dosage préalable des constituants est nécessaire, la roche de basalte concassée et soigneusement lavée est l'unique matériau servant à la production des filaments. Leur composition est donc intrinsèquement définie par la roche elle-même. Cela permet de n'avoir qu'une seule ligne d'alimentation vers le four de fusion et ainsi réduire les coûts de production des fibres. Cependant, comme la pierre de basalte brute est obtenue dans la nature, sa composition chimique n'est pas contrôlée et par conséquent, elle peut varier considérablement d'un endroit à l'autre. Or, une teneur en silice d'au moins 46% est une condition indispensable pour avoir une fusion sans résidus, atteindre une viscosité suffisante pour la formation de fibres ainsi que d'obtenir une phase amorphe homogène sans zones cristallines après refroidissement. Cette condition limite donc les gisements de basalte exploitables pour la production de fibres.

Concernant la température de fusion, elle est plus difficilement atteignable que pour la production de fibres de verre. Cela se justifie par la non-homogénéité du basalte qui entraîne une distribution non uniforme de la température lors de sa fusion ainsi que par sa faible conductivité thermique et sa faible transparence au rayonnement thermique (rayonnement infrarouges (IR)) [41]. En effet, le basalte opaque absorbe plutôt qu'il ne transmet les rayons IR rendant une diffusion homogène de la chaleur et une liquéfaction plus difficile, contrairement au verre qui est un matériau transparent. Le basalte doit donc être maintenu dans le four pendant une longue période dans le but de garantir une température homogène de la masse introduite. Plusieurs stratégies sont employées pour favoriser un chauffage uniforme, notamment au travers d'un système précis de maintien et de contrôle de la température à plusieurs étapes [39]. La roche de basalte concassée est ainsi fondue à une température de 1450 à 1500 [°C].

L'étape de filage a lieu après avoir réalisé une masse fondue homogène. Des centaines de filaments sont étirés sous pression hydrostatique au travers de douilles pour ensuite être refroidis et solidifiés. La vitesse d'étirage et la température de fusion définissent la taille du filament tandis que sa texture est fixée par la vitesse de refroidissement [40]. Un important problème rencontré lors de la production des fibres de basalte est la cristallisation progressive de divers éléments structuraux tels que la plagioclase, la magnétite et le pyroxène. Elle est due principalement à la différence de température de cristallisation (T_c) de ces composants, qui varie de 720°C à 1010°C (magnétite $T_c = 720^\circ\text{C}$, pyroxène $T_c = 830^\circ\text{C}$ et plagioclase $T_c = 1010^\circ\text{C}$) [41] [39]. Un refroidissement rapide permet d'obtenir des filaments

de basalte fortement amorphes. Inversement, un refroidissement plus lent conduit à une cristallisation complète [43]. Ainsi, pour produire des fibres d'excellentes propriétés reproductibles, un contrôle précis de la température du basalte fondu et de sa température de refroidissement est indispensable.

Une fois les filaments obtenus, un ensimage chimique correspondant en général à une solution aqueuse de divers produits chimiques est appliqué sur ceux-ci. Les filaments sont ensuite rassemblés pour former un fil [41].

2.4.3 Structure et composition

Les roches basaltiques, largement répandues sur terre, sont classées selon leur teneur en silice (SiO_2). Son constituant principal est SiO_2 , suivi de Al_2O_3 . Le tableau 2.10 suivant reprend sa composition typique, comme identifiée par Militky et al. [44] et Deak et al. [45].

Constituent	Content [wt%]	
	réf. [44]	réf. [45]
SiO_2	43.3 - 47	42.43 - 55.69
Al_2O_3	11 - 13	14.21 - 17.97
Fe_2O_3	< 5	10.80 - 11.68
CaO	10 - 12	7.43 - 8.88
MgO	8 - 11	4.06 - 9.45
Na_2O	< 5	2.38 - 3.79
TiO_2	< 5	1.10 - 2.55
K_2O	< 5	1.06 - 2.33

TABLE 2.7 – Composition typique d'une fibre de basalte (en pourcentage massique) [44] [45]

La composition chimique de la fibre de basalte peut différer considérablement en fonction de la répartition géographique. Cette variation est due à des conditions environnementales différentes lors de la formation des roches.

Lorsque les filaments à peine formés sont rapidement trempés, une structure fortement amorphe est obtenue (non cristallisée). En effet, les minéraux n'ont pas le temps de se former et de grandir, seuls de petits cristaux peuvent parfois être observés à l'échelle microscopique. D'un autre côté, un refroidissement lent conduit à une cristallisation plus ou moins complète, à un assemblage de minéraux dont les trois principaux sont le plagioclène, le pyroxène et l'olivine [44]. Une structure amorphe est préférée pour les filaments, car les fractures se produisent principalement en raison des non-homogénéités dans leur volume, probablement près des petites cristallites des minéraux.

2.4.4 Propriétés mécaniques

Comme indiqué précédemment, une attention croissante s'est portée sur l'utilisation de fibres de basalte comme renfort fibreux comparé aux renforts conventionnels tels que les fibres de verre et dans une certaine mesure celles de carbone. L'une des raisons de cet engouement vis-à-vis des fibres de basalte est notamment, leurs

excellentes propriétés mécaniques pour un faible prix (2.02 - 2.23 [€/kg]). Elles sont reprises dans le tableau 2.9 ainsi que leur masse volumique. Cependant, la

Propriété physique	
Masse volumique ρ [kg/m ³]	2500 - 2890
Propriétés mécaniques	
Module de Young E [GPa]	71 - 110
Module de cisaillement G [GPa]	31.3 - 40.7
Coefficient de Poisson ν [—]	0.24 - 0.28
Résistance en traction σ_r [Mpa]	1430 - 4900
Allongement ϵ_r [% strain]	3.1 - 3.3

TABLE 2.8 – Propriétés mécaniques et masse volumique de la fibre basalte tirées du Software Granta EduPack, niveau 3

présence d'éventuels défauts de volume et de surface produit une diminution de la résistance de la fibre, sans avoir d'impact significatif sur son module d'élasticité. L'existence de ces défauts sous forme de rayures, de cristaux et de vide rend la résistance mesurée nettement inférieure à sa valeur théorique (3000 - 4900 [Mpa]) [46]. En effet, ils donnent lieu à des concentrations de contraintes à la pointe des fissures lorsque la fibre est soumise à une sollicitation mécanique. Comme leur présence dans la fibre est aléatoire, les défaillances qui en résultent sont multiples et mutuellement indépendantes.

L'ensimage appliqué en surface fixe la résistance à la rupture de la fibre. Il consiste en une fine couche de revêtement constituée d'un agent filmogène, d'un agent de couplage et d'un lubrifiant. Ses objectifs sont d'empêcher l'endommagement de la fibre pendant sa conception et sa manipulation ainsi que de favoriser l'adhésion fibre-matrice lors de son emploi dans des composites par l'effet de couplage [43]. Par exemple, lors de la conception de tissus, les fibres s'abîment facilement après le tissage en raison de la mauvaise propriété en flexion du basalte. La couche de revêtement permet ainsi de stabiliser les fibres dans le but d'éviter de les endommager. De plus, le basalte est un matériau extrêmement dur ce qui se traduit par de bonnes propriétés d'abrasion [39]. L'ensimage peut également améliorer de plus de 15% la résistance des fibres en émoussant les extrémités des fissures de surface ce qui réduit les concentrations de contraintes qui s'y trouvent [46]. La figure 2.8 montre les changements sur la morphologie de surface d'une fibre de basalte avec (Figure A) et sans ensimage (Figure B) ainsi que sa section transversale, après fracture où se trouvent des marques irrégulières et pointues (Figure C). Elles suggèrent un comportement à la rupture fragile sous l'effet d'une charge mécanique [46]. La fibre avec ensimage possède une surface rugueuse à laquelle est fixé des particules. La surface de la fibre sans ensimage est propre et lisse et des fissures y sont parfois identifiées [46].

D'autres facteurs, tels que l'homogénéité et la température de la masse fondue pendant le filage des fibres ainsi que la composition de la roche basaltique utilisée comme matière première, impactent les propriétés mécaniques de la fibre de basalte [46]. Son diamètre influence également les performances mécaniques, de telle manière

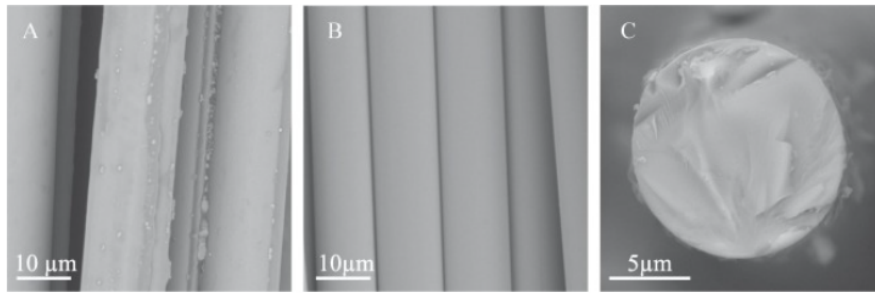


FIGURE 2.8 – Images SEM montrant les morphologies de la fibre de basalte avec (A) et sans (B et C) l’ensimage [46]

que plus il diminue, plus le module d’élasticité, la résistance et la déformation ultime augmentent. Cette relation est cependant moins évidente pour les mèches de basalte.

Comportement de la fibre en traction La figure 2.10 montre le comportement en traction de cinq fibres reprises ci-dessous :

- Fibre courte de basalte (SB) ;
- Fibres continues de basalte venant de trois producteurs différents (CB1, CB2, CB3) ;
- Fibre de verre E (GF).

Elles présentent toutes un comportement purement élastique en traction, caractérisé par une relation linéaire contrainte-déformation jusqu’à rupture fragile. Les modules d’élasticité des fibres continues de basalte et de la fibre de verre sont assez similaires, tandis que celui de la fibre courte de basalte est considérablement moins important. La Figure 2.10 montre ainsi l’impact de la méthode de production sur les propriétés mécaniques de la fibre, à la fois entre les fibres courtes et continues, mais également entre les différents producteurs. Elle permet également de constater le comportement relativement semblable des fibres continues de basalte et de verre. Leur mode de rupture principal est la propagation des fissures induites par les défauts de surface.

Influence de l’eau et de la température

La teneur en humidité de la fibre de basalte est inférieure à 1% et peut varier entre 1% et 2% avec l’ajout de l’ensimage [41]. Son absorption d’humidité est également faible. Elle est inférieure à 0.02% sur une période de 24 heures. Ainsi, l’hygroscopicité de la fibre de basalte est presque nulle, ne changeant pas avec le temps (0,2% - 0,3%) [47].

D’autre part, les fibres de basalte sont incombustibles, ignifuges et n’ont pas ou très peu de dégagement de fumée (combustion de l’ensimage) [47]. Elles présentent une gamme de températures de fonctionnement étendue allant de -260 à 700°C ainsi qu’une température de ramollissement élevée, de l’ordre de 960°C . Cela se traduit par la préservation de bonnes propriétés mécaniques à haute température [38]. En effet, la résistance des fibres de basalte ne se détériore progressivement qu’à partir de températures élevées et qu’après un certain temps d’exposition. Cet effet est accéléré avec des températures d’autant plus hautes [48].

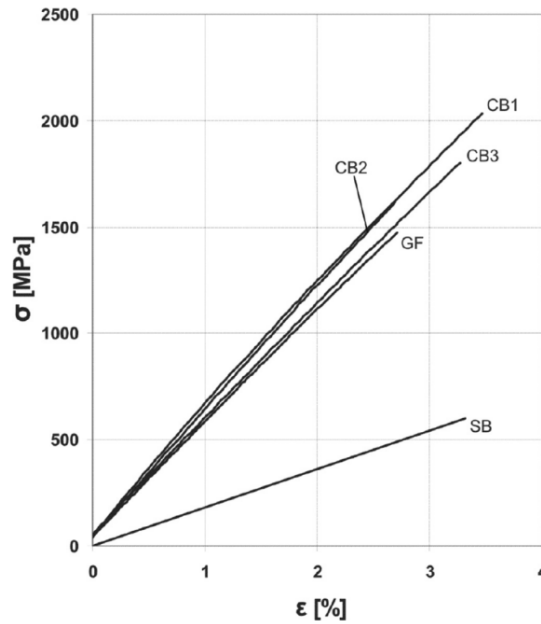


FIGURE 2.9 – Courbes Contrainte-Déformation en traction de fibres de basalte et de verre [45]

D'après la littérature, la stabilité thermique des fibres de basalte est principalement déterminée par leur comportement de cristallisation dépendant de leur composition chimique et des conditions de traitement thermique [48]. Sous l'effet de ces hautes températures, les fibres de basalte initialement dans un état amorphe peuvent peu à peu cristalliser dans des zones localisées. Les cristallites ainsi formées sont plus fragiles et constituent des non-homogénéités le long du volume de la fibre. Elles se comportent comme des défauts qui entraînent des valeurs de résistance inférieures [44]. La fracture des fibres se produit suite à une distorsion entre les zones amorphes et les zones cristallines dans la structure de la fibre [48] [49]. L'exposition à des températures d'autant plus élevées durant une période prolongée, favorise la cristallisation et augmente ainsi le nombre de défauts de manière exponentielle. Un phénomène secondaire affectant les propriétés mécaniques des fibres de basalte est également rapporté dans la littérature. Le brûlage de l'ensimage à des températures élevées expose les fibres à l'environnement atmosphérique. Cela peut provoquer une corrosion et la formation de défauts locaux contribuant à la rupture des fibres [48]. L'utilisation d'un agent d'ensimage de haute stabilité thermique est par conséquent indispensable pour profiter pleinement de la stabilité thermique de la fibre de basalte. De manière générale, il s'agit d'un composant élémentaire des fibres de basalte impactant directement ses propriétés [43].

2.5 Fibre de carbone

2.5.1 Situation générale

Les fibres de carbone présentent de nombreux avantages tels qu'une haute résistance et rigidité spécifique ainsi qu'une excellente résistance aux températures élevées et à l'exposition aux produits chimiques. D'autre part, leur principal in-

convénient est leur coût qui est nettement supérieur à celui de nombreuses autres fibres notamment celles précédemment citées (tableau 2.2). Par conséquent, les composites renforcés de fibres de carbone sont réservés à des applications plus exigeantes justifiant d'importantes dépenses [50].

D'un autre côté, les CFRP's (Carbon Fiber Reinforced Polymers) ont une rigidité et une résistance comparable à la majorité des métaux et alliages, mais une densité largement inférieure. Cette économie de masse significative justifie le remplacement progressif des métaux et alliages métalliques pour les applications structurelles dans divers secteurs tels que l'aéronautique, l'aérospatiale, l'automobile, les équipements sportifs, etc. De plus, les fibres de carbone possèdent d'excellentes propriétés thermiques. C'est pour cette raison que les composites carbone-carbone sont employés pour les applications à haute température telles que les plaquettes de frein d'avion et tuyères de fusée malgré une diminution de leur résistance à haute température par oxydation [51].

Le marché de la fibre de carbone est un marché émergeant en forte croissance. Comme le montre la figure 2.10, la demande mondiale augmente de manière quasi exponentielle. En effet, les fibres de carbone sont largement sollicitées dans trois secteurs industriels représentant plus de 50% de la demande totale avec l'éolien (25%), l'aéronautique et le spatial (20%) et l'automobile (10%). Avec un taux de croissance annuel allant de 10 à 12%, le marché des composites renforcés de fibres de carbone est composé à plus de 70% par ceux à matrice polymère principalement des résines thermodurcissables (CFRP), le reste étant constitué des composites à matrice céramique (CMC), métallique (MMC) ainsi que de divers autres hybrides [52].

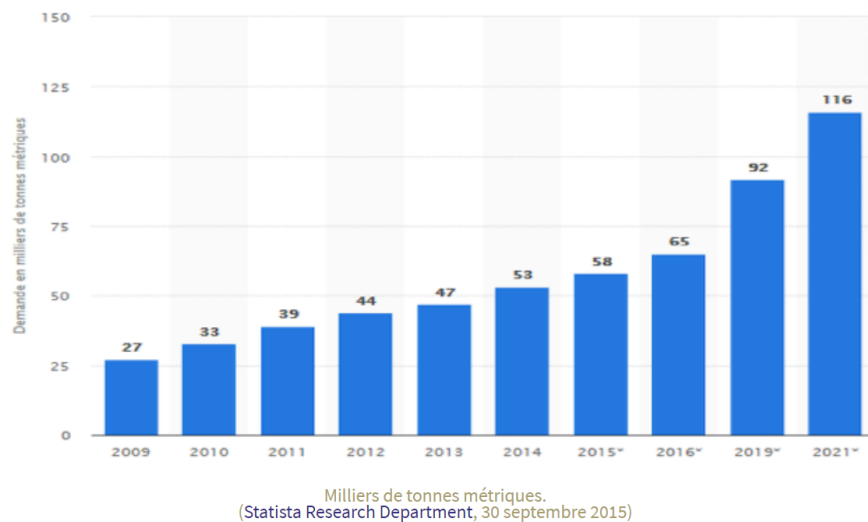


FIGURE 2.10 – Demande mondiale de fibre de carbone de 2009 à 2021 : un marché en forte croissance [52]

2.5.2 Procédé d'obtention

Les fibres de carbone sont produites par transformation d'un précurseur organique riche en carbone via un traitement thermique en atmosphère contrôlée. Trois précurseurs sont communément utilisés, car mieux adaptés pour la production à grande échelle [53] :

- les fibres polyacrylonitriles (PAN) ;
- les fibres de houille ou de pétrole (PITCH) ;
- les fibres cellulosiques (rayonne).

Ils se distinguent par les propriétés des fibres de carbone qui en découlent, mais également par la perte de poids totale lors du processus de production. Elle est respectivement de 60% et 30% pour les précurseurs de PAN et de PITCH tandis que pour les fibres de carbone à base de rayonne, elle atteint 87% [53]. Ainsi, la production de fibres de carbone à partir de ce dernier précurseur est difficile, coûteuse et donc assez limitée. D'autre part, les fibres de carbone à base de PAN constituent le groupe le plus important à l'heure actuelle avec plus de 90% des fibres de carbone [54]. Celles à base de brai sont quant à elles prometteuses et sujettes à de nombreuses recherches.

Les détails des procédés utilisés pour la fabrication de fibres de carbone diffèrent d'un précurseur à l'autre. Cependant, leurs étapes principales restent similaires, impliquant un traitement de stabilisation pour rendre le précurseur infusible, un traitement thermique de carbonisation pour éliminer les atomes non carbonés ainsi qu'un traitement de graphitisation à haute température dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques des fibres de carbone finales [53].

Les précurseurs subissent un étirage durant l'une des trois étapes du processus de production afin de produire une orientation préférentielle le long de l'axe des fibres de carbone et ainsi, obtenir une meilleure rigidité dans cette direction. Par exemple, l'orientation a habituellement lieu durant l'étape de stabilisation pour la fibre de PAN et lors de graphitisation pour celle de rayonne.

Le procédé d'obtention des fibres de carbone est décrit dans les paragraphes ci-dessous pour les trois précurseurs avec une description plus approfondie pour les fibres PAN, étudiées dans le cadre de cette thèse de mémoire.

Les fibres PAN

Les fibres de carbone destinées aux applications hautes performances sont fabriquées à partir d'un polymère organique, le PAN dont les monomères qui le composent ont pour motif de base ($CH_2 - CH(CN)-$). En effet, les deux autres précurseurs ne permettent pas la production de fibres de carbone de qualité suffisante en raison de leurs performances mécaniques inférieures. Ils servent tout de même à la conception de fibres pour des applications moins exigeantes telles que les équipements sportifs, les infrastructures civiles et certains bateaux.

Avant le traitement thermique du PAN, le matériau précurseur est étiré en fins et longs filaments. Les filaments sont ensuite traités thermiquement lors d'un

processus en plusieurs étapes conduisant à un squelette entièrement carboné :

- Dans un premier temps, le PAN fusible est transformé en PAN infusible en étant soumis à une température allant de 200°C à 300°C en atmosphère d'oxygène ou de gaz inerte. Le PAN subit une réaction d'oxydation, de réticulation et/ou de cyclisation donnant des filaments riches en carbone thermiquement stables [54]. Les filaments sont maintenus sous tension lors de cette première étape ce qui permet d'éviter leur contraction lors de l'oxydation. Il s'agit du traitement de stabilisation.
- Les filaments ainsi obtenus subissent une seconde transformation, appelée carbonisation. Il s'agit d'une pyrolyse dans une atmosphère inerte et où la température est comprise entre $1500 - 2000^{\circ}\text{C}$. Cette opération permet d'arrêter l'oxydation du carbone et d'éliminer les atomes non carbonés des molécules de PAN (comme N, O, H) sous forme de gaz, d'où une perte de poids de l'ordre de 50%. A la suite de cette seconde transformation, les filaments sont riches en carbone avec une teneur en pureté de 93 à 95%.
- Finalement, une étape optionnelle peut être effectuée pour produire des filaments à haut module d'élasticité. Il s'agit d'un traitement thermique appelé graphitisation. Les filaments sont chauffés dans une atmosphère inerte allant de 2000 à 3000°C . Ils perdent alors leurs derniers atomes d'azote et obtiennent une structure similaire au graphite. Une température plus élevée pour la graphitisation permet une meilleure orientation des feuilles de graphite selon l'axe du filament et par conséquent améliorer le module d'élasticité dans cette direction (voir figure 2.11) [55] [50].

Les fibres PITCH

Les fibres de BRAI proviennent de résidus de la distillation du pétrole et de la houille. Ils donnent des fibres de carbone après filage à l'état fondu et différents traitements thermiques :

- Un premier traitement entre 300°C et 500°C conduisant à une déshydrogénation ;
- Une carbonisation et une graphitisation sont ensuite effectuées à des températures supérieures à 2000°C .

Les fibres ainsi obtenues sont caractérisées par une augmentation de leur densité et module d'élasticité ainsi que par la diminution de leur allongement à la rupture. De plus, leur qualité dépend directement du brai initial employé [55].

Les fibres cellulosiques

Après avoir parcouru le procédé ci-dessous, les fibres cellulosiques de formule $-(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)-$ donnent des fibres de carbone [55] :

- désorption de l'eau ;
- élimination des groupes hydroxyles ;
- Carbonisation pour éliminer les atomes non carbonés des molécules ;
- Graphitisation de la structure.

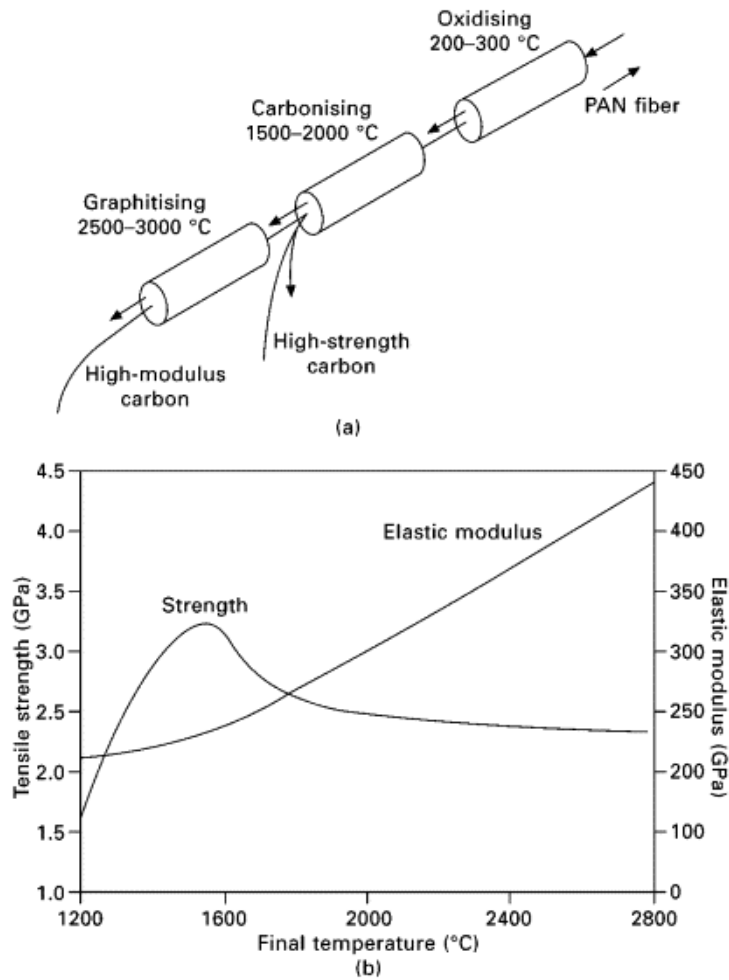


FIGURE 2.11 – (a) Processus de production des fibres de carbone; (b) effet de la température de traitement final sur le module de traction et la résistance de la fibre de carbone [50]

2.5.3 Structure et composition

L'appellation *fibres de carbone* se réfèrent aux fibres présentant une composition chimique d'au moins 92% en poids de carbone [56]. Elles sont donc presque exclusivement constituées d'atomes de carbone et appartiennent à la famille de matériau des céramiques techniques comme la fibre de basalte.

Dans la suite de cette section, nous pencherons davantage sur les filaments à base de PAN correspondant à ceux étudiés dans le cadre de cette thèse de mémoire.

Le filament obtenu par transformation du précurseur PAN est semblable à un long cylindre d'un diamètre de 7 à 8 [μm] [56]. Sa structure atomique est composée de feuilles d'atomes C disposés en réseaux hexagonaux réguliers qui sont désorientées les uns par rapport aux autres. Cette structure atomique est relativement similaire à celle du graphite. La différence réside dans la façon dont les feuilles s'emboîtent, à savoir parallèlement dans le cas du graphite et de manière désorientée pour les filaments de carbone (voir figures 2.12 (a) et (b)). Ainsi, les

filaments produits à partir du précurseur PAN sont dits turbostratiques, c'est-à-dire contenant des feuilles d'atomes de carbone pliées ou froissées de manière aléatoire. En outre, elles sont relativement parallèles à l'axe du filament, le rendant très rigide dans cette direction. Cette disposition lui confère également une forte anisotropie [50]. En effet, les liaisons entre les atomes de carbone sont des liaisons covalentes fortes contrairement à celles entre les feuilles d'atomes de carbone qui sont des liaisons de van der Waals relativement faibles.

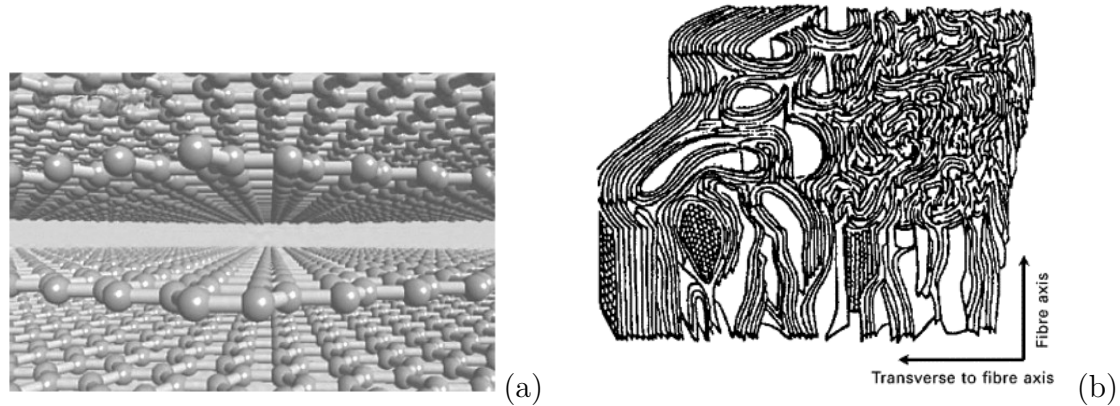


FIGURE 2.12 – (a) Structure en feuille de graphite où chaque sphère représente un atome de carbone disposé selon un motif hexagonal en feuilles; (b) Représentation tridimensionnelle de la structure en graphite turbostratique de la fibre de carbone à base de PAN [50]

2.5.4 Propriétés mécaniques

Les propriétés de la fibre de carbone (rigidité, résistance et résistance à la fatigue, densité) dépendent du choix du matériau précurseur ainsi que des méthodes de processus utilisées dans sa production (traitements thermiques et étirage).

	Fibre de carbone "HM"	Fibre de carbone "HR"
Teneur en carbone [%]	+ 99	95
Masse volumique ρ [kg/m^3]	1900 - 2160	1800
Module de Young E [GPa]	350 – 450	220 – 300
Résistance en traction σ_r [Mpa]	2500 - 5500	3200 - 6200
Allongement ϵ_r [% <i>strain</i>]	0,1 - 1,0	1,3 - 2,2

TABLE 2.9 – Propriétés mécaniques, teneur en carbone (en pourcentage massique) et masse volumique des fibres de carbone Haut Module "HM" et Haute Résistance "HR" [7] [50]

Une large gamme de propriétés mécaniques est disponible pour la fibre de carbone à base de PAN. En effet, sa rigidité et sa résistance sont déterminées par la température de traitement thermique de la fibre. Deux catégories principales de fibres de carbone sont produites : les fibres de carbone à haut module (H.M.) ou à haute résistance (H.R.). Le module d'Young augmente avec la température, tandis que la résistance maximale est atteinte en chauffant la fibre à une température de

1500 – 1600°C (voir figure 2.11). Ainsi, le module d'élasticité et la résistance des fibres de carbone peuvent être contrôlés par un choix approprié de la température finale du procédé et donc adapter ces propriétés pour des applications structurelles spécifiques. Par exemple, lorsqu'un rapport résistance/poids élevé est requis, comme pour le caisson de voilure, des fibres de carbone à haute résistance sont utilisées dans la structure composite. Pour les structures nécessitant un rapport rigidité/poids élevé, telles que les gouvernes, les fibres à haute rigidité sont préférées. Une catégorie intermédiaire de fibres de carbone (fibres de carbone à module intermédiaire (I.M.)) peut également être utilisée pour les structures qui nécessitent à la fois une grande rigidité et une grande résistance, comme le fuselage et les ailes [50]. L'utilisation d'un précurseur spécifique et une graphitisation vers 3300°C permet d'augmenter davantage le module de Young ($E > 500000$ [MPa]) et ainsi, de produire des fibres à très haut module (THM) [55]. Une rigidité plus importante avec l'augmentation de la température de traitement thermique s'explique par un meilleur alignement des feuilles d'atomes C avec l'axe de la fibre et une amélioration du degré de perfection de leur structure avec l'élévation de la température. Cela justifie donc le comportement du module d'élasticité sur la figure 2.11.

En plus de sa dépendance à la température de traitement thermique, la résistance des fibres de carbone est également déterminée par la taille des défauts, qui sont généralement de minuscules fissures de surface. En effet, les fibres sont endommagées par des événements d'abrasion à petite échelle, notamment dus au frottement des fibres les unes contre les autres lors de leur manipulation. Il faut également mentionner que la rupture de la fibre se produit toujours au niveau de la plus grande fissure. Malgré sa petite taille, son impact est important sur la résistance des fibres. Par exemple, une fissure de 0,3 à 0,4 [μm] réduit la résistance à la rupture de plus de 50% [50]. Pour remédier à ce problème, les fibres de carbone subissent un traitement de surface à la fin du processus de production avec divers produits chimiques, appelés l'ensimage. Tout comme pour le basalte, elle a pour but d'améliorer l'adhésion des fibres de carbone avec la matrice polymère lors de la conception d'un matériau composite CFRP. Le revêtement de surface via un mince film d'ensimage favorise également la réduction des dommages dus à la friction entre les fibres grâce aux lubrifiants qu'il contient. Les fibres de carbone sont en général collimatées en faisceaux pour faciliter la manipulation.

Comportement de la fibre en traction

La figure 2.13 montre des courbes typiques de Contrainte-Déformation obtenues à partir d'essais de traction sur fibre unique pour différentes fibres de carbone à base de PAN telles que [57] :

- Fibre de carbone à base de PAN à ultra-haute résistance (T1000GB) ;
- Fibre de carbone à base de PAN à haute résistance (T300) ; et
- Fibre de carbone à base de PAN à haut module (M60JB).

La contrainte appliquée aux éprouvettes est linéairement proportionnelle à la déformation. Il s'agit donc de matériaux fragiles qui ne subissent aucune déformation plastique avant de se rompre à faible déformation (moins de 0,5 à 2,5%) [50].

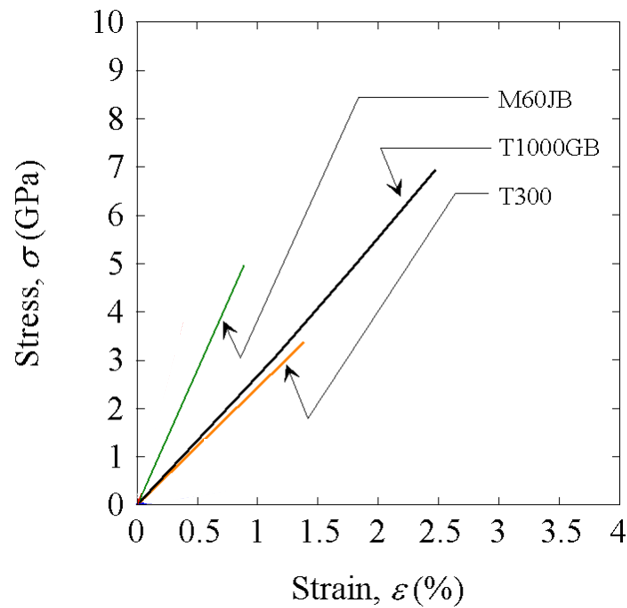


FIGURE 2.13 – Courbes Contrainte-Déformation en traction de fibres carbone à base de PAN à ultra-haute résistance (T1000GB), haute résistance (T300) et haut module (M60JB) [57]

Influence de l'eau et de la température

Les fibres de carbone provenant des trois précurseurs communément employés (PAN, PITCH et rayonne) présentent les mêmes comportements contrainte-déformation en traction en fonction de la température. Comme l'illustre les figures 2.14.a,b et c associées respectivement à des fibres à base de rayonne, de PAN et de PITCH, trois comportements distincts sont observés [58] :

- un comportement purement élastique à basse température (température ambiante et températures intermédiaires jusqu'à $1000 - 2000^{\circ}C$ ⁴) ;
- un comportement viscoélastique (élasticité retardée) à des températures plus élevées ;
- un comportement viscoplastique (déformations inélastiques/permanentes) pour des hautes températures ;

De plus, la déformation à la rupture devient de plus en plus grande au fur et à mesure que la température augmente. D'autre part, l'augmentation de la température provoque également une diminution du module d'élasticité doucement dans un premier temps, puis assez fortement à de hautes températures et une augmentation de la résistance à la traction jusqu'à une valeur maximale.

Concernant l'impact de l'eau sur les propriétés mécaniques, les fibres de carbone trempées dans l'eau de mer ne montrent pas une tendance claire de variation des propriétés [59]. Elles sont généralement considérées comme très inertes dans la plupart des environnements. Les fibres de carbone présentent une résistance aux acides, aux alcalis, aux sels et aux solvants.

4. Le passage de la déformation linéaire à la déformation non linéaire se produit à des températures différentes en fonction du précurseur employé pour concevoir la fibre.

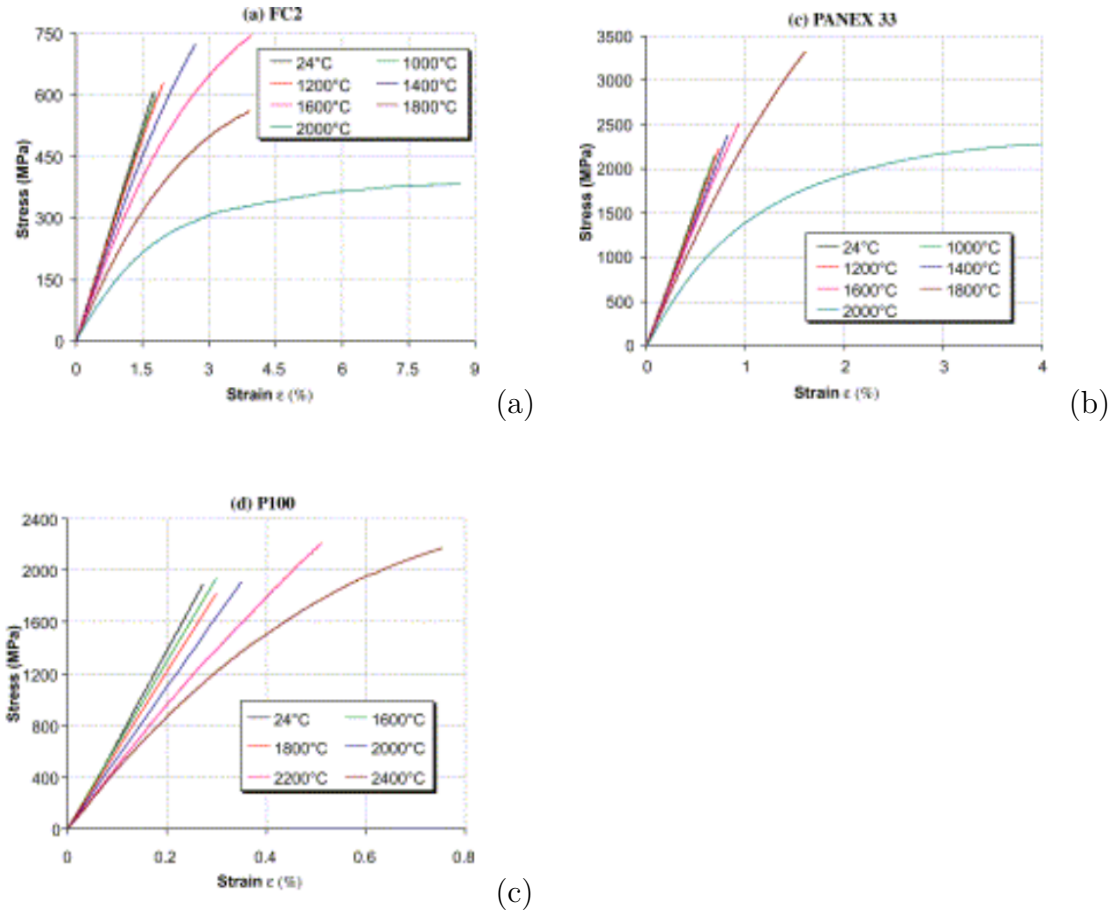


FIGURE 2.14 – Évolution des courbes de contrainte-déformation obtenues à différentes températures pour des fibres à base (a) de rayonne (FC2), (b) de PAN (PANEX 33) et (c) de PITCH (P100) [58]

2.6 Résines époxy biosourcées

Cette section commence par décrire rapidement les résines époxydes biosourcées en présentant leurs propriétés mécaniques. Peu d'informations sont disponibles dans la littérature sur leur comportement mécanique. Par conséquent, la réponse mécanique des polymères vitreux, et donc des époxydes est ensuite détaillée.

Les époxydes font partie de la famille des polymères thermodurcissables. Ils possèdent des propriétés mécaniques et chimiques remarquables, comme une résistance et une rigidité élevées ainsi qu'une excellente résistance chimique, etc. Cela justifie donc qu'ils soient couramment utilisés comme matrice de matériaux composites présents dans des applications d'ingénierie [60]. L'inconvénient est qu'ils proviennent la plupart du temps, de résines époxydes d'origine pétrolière.

Récemment, de nouvelles résines qualifiées de *biosourcées* ont pris place sur le marché. Cette dénomination est utilisée lorsque leur biocontenu, c'est-à-dire leur pourcentage de carbone d'origine naturelle, est suffisamment important. Il est évalué à l'aide de mesures Carbone-14. Cependant, il n'existe pas de norme unique indiquant pour quel pourcentage, un produit peut être qualifié de *biosourcé*.

En général, seules les résines avec un biocontenu supérieur à 20% sont reconnues comme tel [60].

2.6.1 Résine époxy

De nos jours, 75% des résines époxy sont synthétisées par une réaction de condensation entre un groupement époxyde, l'épichlorhydrine et le bisphénol A (BPA) pour former une macromolécule linéaire, le diglycidyle éther de bisphénol A (DGEBA). Ces résines sont dérivées du pétrole [61]. La figure 2.15 montre la représentation schématique d'un groupement époxy tandis que les figure 2.16.a, b et c illustrent les molécules intervenant dans la réaction décrite ci-dessus [62]. La

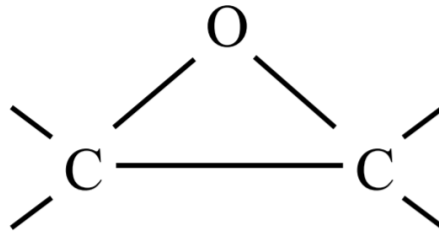


FIGURE 2.15 – Représentation schématique d'un groupement époxyde [61]

plupart du temps, un durcisseur est ajouté à la résine pour produire un système époxy. Il permet la formation d'un réseau réticulé tridimensionnel par la création de ponts entre les macromolécules linéaires [61]. Le système peut être chauffé pour

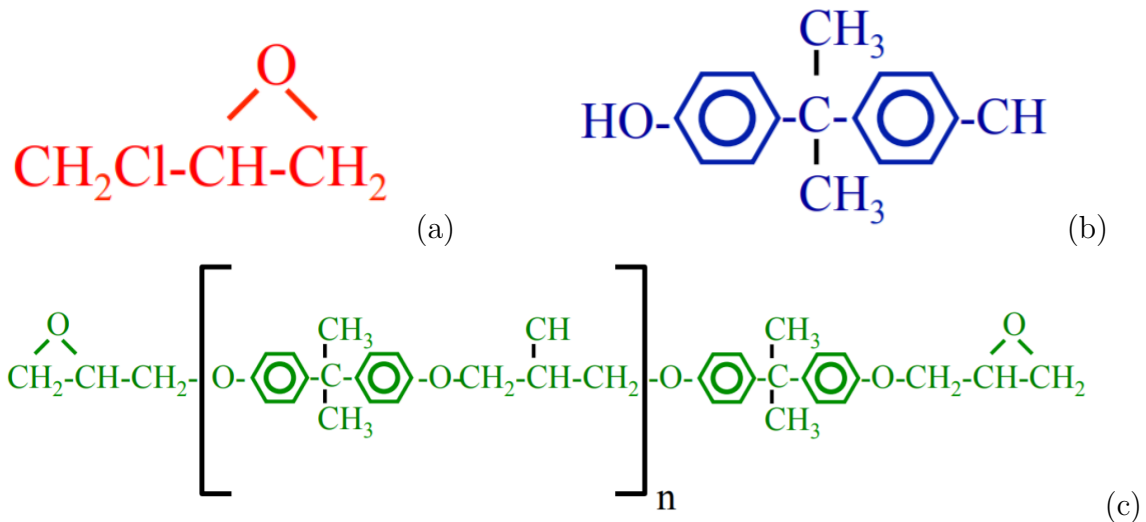


FIGURE 2.16 – : Structures chimiques des molécules de (a) Épichlorhydrine, de (b) Bisphénol et de (c) DGEBA [61]

accélérer la réaction. Différents cycles de durcissement peuvent être réalisés pour un même mélange, mais ils conduisent à différents degrés de réticulation. Cela a donc pour effet de modifier les propriétés thermiques et mécaniques [4]. En plus des préoccupations environnementales, le BPA a été répertorié comme présentant plusieurs effets nocifs sur la santé des personnes qui y sont exposées [60]. Cela a eu

pour effet de pousser de nombreux industriels à tenter de synthétiser de nouveaux systèmes époxy non dérivés du pétrole sans BPA [4]. Plusieurs composés issus de sources végétales ont ainsi été suggérés pour remplacer le BPA. Ils sont notamment dérivés du cardanol (noix de cajou), de la colophane (de conifères), de la lignine, etc [60]. Des durcisseurs biosourcés peuvent également être utilisés. Cependant, les fabricants préfèrent en règle générale, modifier la résine époxy en augmentant son biocontenu plutôt que l'agent de durcissement. En effet, ce dernier est essentiel à la durée de vie en pot, à la viscosité et au cycle de durcissement du système [60].

2.6.2 Propriétés des époxydes biosourcés

Le graphique de la figure 2.17 donne un aperçu des performances mécaniques atteignables par certains systèmes époxy biosourcés en résumant les résultats obtenus par plusieurs auteurs. En outre, il permet d'effectuer une comparaison en termes de module de traction et de résistance à la traction avec à une résine d'origine pétrolière, la RTM6. Elle est certifiée pour l'aérospatiale et sert ici de référence [63]. Ce graphique est repris du travail de Ramon et al [64] et une discussion portant dessus est déjà faite dans le mémoire de Master de Van Innis [4].

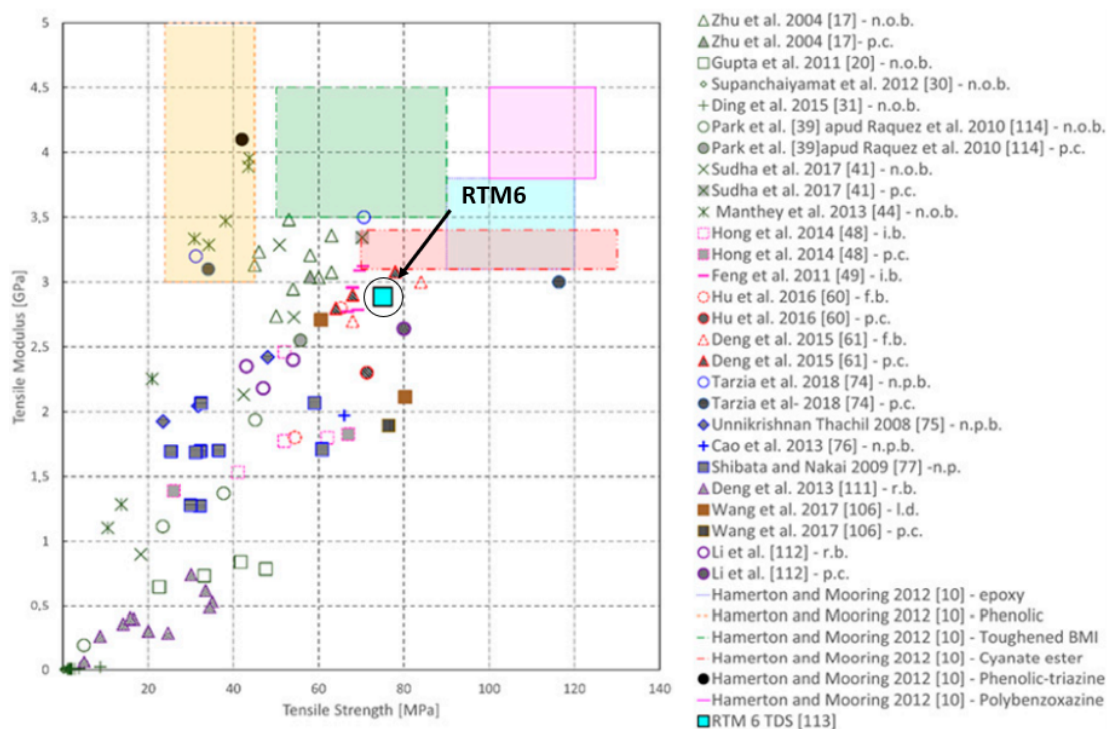


FIGURE 2.17 – Module de traction en fonction de la résistance à la traction des résines biosourcées et pétrolières. n.o.b., i.b., f.b., n.p., n.r., r.b., l.d. et p.c. désignent respectivement les résines à base d'huile naturelle, à base d'isosorbide, à base de furane, phénolique naturelle, de caoutchouc naturel époxydé, à base de colophane, de dérivés de la lignine et à base de pétrole (graphique retravaillé) [64] [4]

Nous y remarquons trois possibilités. Certains systèmes époxy biosourcés présentent :

- des propriétés de traction équivalentes à celles du RTM6.

- un module de traction plus élevé, mais une résistance à la traction plus faible comparé à la RTM6.
- un module de traction et une résistance à la traction plus faibles comparé à la RTM6.

Cela nous montre que les propriétés mécaniques de traction atteintes par les systèmes biosourcés peuvent être relativement similaires à celles obtenues avec des systèmes époxy à base de pétrole.

Une même comparaison a également été faite par Ramon et al. [64] pour les propriétés de flexion. Dans ce cas-ci, la plupart des systèmes époxy biosourcés présentent une résistance à la flexion inférieure et un module de flexion similaire ou inférieur par rapport à la RTM6. Certaines améliorations doivent donc être faites pour les voir apparaître un jour dans les applications nécessitant de hautes performances requises, entre autres, pour l'aéronotique.

Il faut également souligner que les époxydes biosourcés présentent une très bonne résistance à l'impact, meilleure que la majorité des systèmes époxydes d'origine pétrolière. D'un autre côté, un contenu biologique croissant provoque une diminution de la température de transition vitreuse (T_g) et de la stabilité thermique des époxydes [65].

2.6.3 Comportement mécanique et mécanismes de déformation des polymères vitreux

Cette section a pour but de donner un aperçu de la réponse mécanique d'un polymère vitreux sous compression, déformé en dessous de sa température de transition vitreuse. Elle est principalement régie par les interactions intermoléculaires et la réponse du réseau (voir figure 2.18).

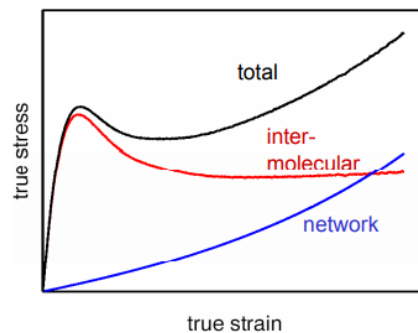


FIGURE 2.18 – Image physique du comportement des polymères vitreux : contributions des interactions intermoléculaires et de la réponse du réseau [66]

La courbe Contrainte-Déformation est décrite par Morelle en six phases à l'aide de la figure 2.19 [66].

Région élastique/viscoélastique (1)

La courbe Contrainte-Déformation débute par une région élastique linéaire. Elle est

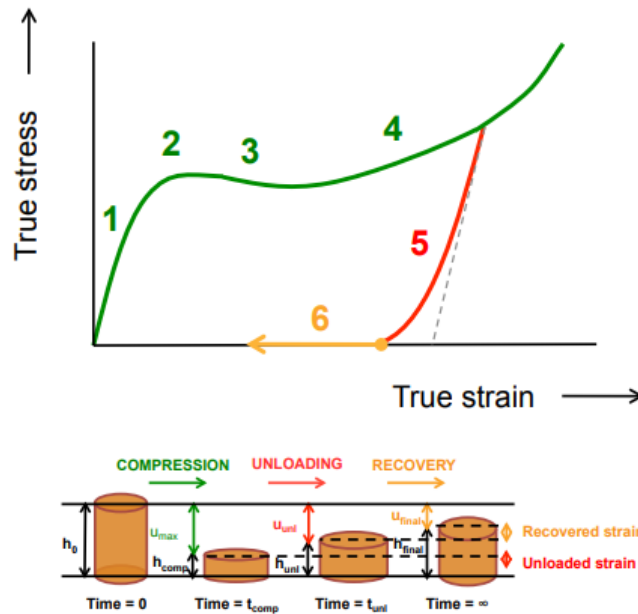


FIGURE 2.19 – Représentation schématique du comportement intrinsèque contrainte-déformation des polymères vitreux, en parallèle avec l’essai de compression correspondant : (1) Région élastique-viscoélastique, (2) Transition d’élasticité, (3) Adoucissement, (4) Écrouissage/ Durcissement, (5) Déchargement, (6) Récupération de la déformation [66]

caractérisée par un module d’Young variant entre 1 et 4 [GPa] et une déformation entièrement récupérable [66]. La résistance au mouvement des chaînes polymères résulte principalement des interactions intermoléculaires [4]. Quand la déformation devient plus importante, la pente de la courbe diminue légèrement, mettant en évidence la réponse viscoélastique du matériau.

Transition d’élasticité (2)

Le point correspondant à la transition entre le régime élastique et le régime plastique est appelé la limite d’élasticité. Elle est définie par convention comme le maximum local de la courbe Contrainte-Déformation. D’un point de vue physique, cette limite correspond au franchissement de la barrière d’activation des mouvements segmentaires de la chaîne principale. C’est donc à partir de celle-ci que les chaînes commencent à se déplacer les unes le long des autres, créant ainsi un changement de configuration irréversible [66].

Adoucissement (3)

Une fois la limite d’élasticité atteinte, une chute de contrainte a lieu jusqu’à un minimum local. Elle est appelée adoucissement. Ce dernier peut être séparé en deux types : extrinsèque et intrinsèque. Le premier est caractérisé par l’apparition de bandes de cisaillement au travers de l’échantillon causé par des facteurs externes. D’un autre côté, le second type de ramollissement fait encore l’objet de débats de nos jours [4]. L’adoucissement est particulièrement prononcé sur les courbes Contrainte-Déformation obtenues avec des essais de compression et de cisaillement

et un peu moins en traction.

Écrouissage/ Durcissement (3)

Après l'adoucissement a lieu un phénomène au cours duquel la contrainte augmente à nouveau. Ce dernier est appelé écrouissage. Physiquement parlant, il est associé à la réponse du réseau lors de la déformation.

Déchargement (5)

Lors du déchargement, le comportement des polymères vitreux est non linéaire. Il est connu sous le nom d'effet Bauschinger et est dû à des contre-contraintes [4]. Il n'est néanmoins pas encore totalement compris.

Récupération de la déformation (6)

Une récupération de la déformation est finalement observée. Elle peut être améliorée en augmentant la température près et au-dessus de la transition vitreuse du polymère [66].

Comportement en traction et en compression d'époxydes biosourcées

Les résultats d'essais de traction uniaxiale et de compression pour des systèmes Infugreen 810 ayant subi différents cycles de durcissement sont respectivement présentés aux figures 2.20 [5].

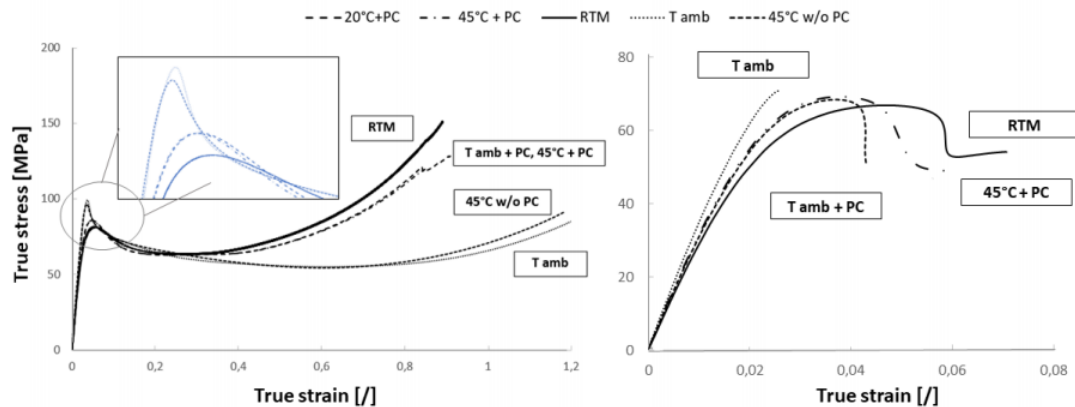


FIGURE 2.20 – Courbes Contrainte-Déformation pour différents cycles de durcissement à 1 [mm/min] en compression (gauche) et en traction (droite) [5]

Il est particulièrement intéressant d'observer le comportement de $T_{amb} + PC$. En effet, il s'agit du même système époxy que celui étudié dans le cadre du présent travail, ayant suivi un cycle de durcissement semblable. Il faut souligner que le système $T_{amb} + PC$ cède à proximité de la limite d'élasticité en traction.

2.7 Architectures textiles des renforts

Les plaques composites conçues dans le cadre du présent travail ont été renforcées par des textiles tissés. Leur utilisation présente plusieurs avantages : ils

sont manipulables sans peine, ils ont une bonne stabilité dimensionnelle et ils sont faciles à draper sur des géométries de moule complexes [24]. Elle permet également à l'industrie des matériaux composites d'adapter les renforts fibreux à des applications spécifiques afin d'obtenir les performances souhaitées, via de nombreuses architectures possibles [67].

Cependant, l'utilisation de textiles tissés représente un coût de fabrication supplémentaire lors de la conception du matériau composite avec l'ajout du processus de tissage. De plus, il est parfois précédé d'un processus de filage qui torsade les fibres pour obtenir un fil compact ensuite utilisé lors du tissage. L'ajout de ces processus affecte également l'énergie intrinsèque nécessaire à la production du composite par l'utilisation supplémentaire d'électricité. La conception du matériau composite devient ainsi plus énergivore.

2.7.1 Définitions

Les quelques définitions ci-dessous sont reprises de la thèse "*Essais de Caractérisation des Structures Tissées*" de Samia DRIDI [68]. Elles permettent de clarifier certains mots de vocabulaire employés dans le domaine du textile.

- Un tissu est un article textile formé par l'entrelacement des fils de chaîne et des fils de trame lors du tissage sur métier à tisser.
- La chaîne est l'ensemble des fils parallèles au sens d'avancement du tissu encours de fabrication.
- La trame est l'ensemble des fils perpendiculaires aux fils de chaîne, nommée aussi duites.

Les notions de "pris" et de "laissé" proviennent de deux cas de figure

- * On dit que le métier a "pris" le fil de chaîne quand ce dernier passe sur le fil de trame.
- * On dit que le métier a "laissé" le fil de trame quand le fil de chaîne est sous ce dernier.
- Le flotté est le nombre des laissés entre deux pris (sur le même fils).
- L'armure est le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame.

2.7.2 Les armures fondamentales

Les trois armures fondamentales sont la toile, le sergé et le satin. La toile est illustrée à la Figure 2.21.a. Il s'agit de l'armure la plus simple où le fil de chaîne passe systématique au-dessus et en dessous de chaque fil de trame. Les deux autres armures illustrées à la Figure 2.21.b et c sont des dérivées du sergé et du satin. Il s'agit respectivement des tissus sergé 2×2 et satin 5 [69]. Ils correspondent aux architectures textiles utilisées pour renforcer les plaques composites étudiées dans le cadre de ce mémoire de Master. L'armure de sergé est caractérisée par un effet oblique tandis que l'armure satin donne au tissu un aspect uni.

Elles sont produites à partir de deux types de faisceaux de fibres énumérés ci-dessous [24] :

- *Roving* : faisceau de fibres longues non torsadées.
Il faut noter que dans le monde des fibres naturelles, un faisceau contenant plusieurs fibres techniques sans torsion ou à faible torsion est également appelé un roving.

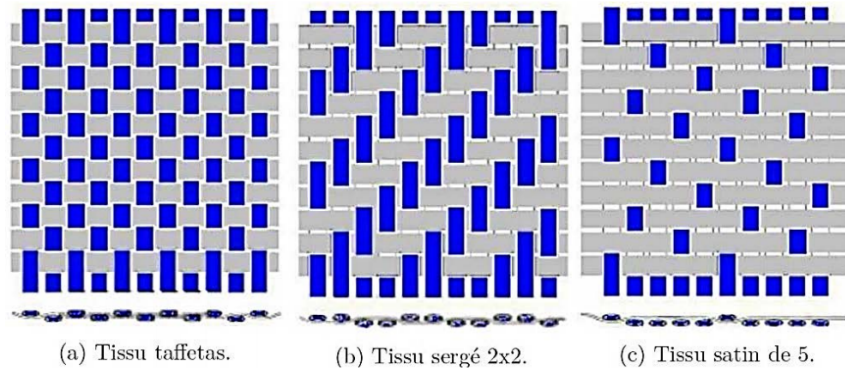


FIGURE 2.21 – Quelques types de tissus 2D : (a) Tissu taffetas (toile), (b) Tissu sergé 2×2 et (c) de Tissu satin 5 [69]

— *Fil torsadé* : faisceau de fibres longues ou courtes torsadées lors du processus de filage.

Les fibres sont maintenues ensemble par frottement.

Il est intéressant de mentionner que dans l'industrie textile, la masse volumique linéaire est définie par le nombre de *TEX* qui est la masse (en gramme) pour 1000 $[m]$.

Ces armures sont ensuite imprégnées de résine pour former un matériau composite dont les performances peuvent être affectées par plusieurs variables telles que la torsion et l'ondulation des faisceaux de fibres.

2.7.3 Influence de la torsion

De par leur origine naturelle, les fibres de lin sont discontinues et leur longueur est limitée. Elle varie de 2-5 $[cm]$ pour les fibres élémentaires à un maximum de 1 mètre pour les fibres techniques longues [70]. Cela les rend difficilement utilisables pour la fabrication de textiles tissés. Les fibres de basalte et de carbone ne rencontrent pas ce problème, car il s'agit de longs filaments continus. Le processus de filage apporte une solution en torsadant les fibres de lin pour produire des fils continus et capables de supporter les charges de traction appliquées lors du tissage. D'un autre côté, l'utilisation de fils torsadés comme renforts dans un matériau composite présente également des inconvénients. En effet, le désalignement des fibres par rapport à l'axe principal du fil, en raison de la torsion réalisée lors du filage provoque une diminution drastique des propriétés en traction du composite. Cette dernière s'amplifie avec une torsion des fibres plus prononcée. Ainsi, un degré de torsion d'environ 20° conduit à une détérioration de 20% de la résistance longitudinale et du module d'élasticité d'un composite UD renforcé de fils torsadés de lin par rapport à un même composite constitué de faisceau à torsion nulle [71]. En outre, plus les fibres sont torsadées, plus le fil est compact, ce qui provoque une réduction de sa perméabilité à la résine. Cela conduit à une augmentation de la teneur en vide et donc à une diminution des propriétés mécaniques du composite [72]. Finalement, la production d'un fil de qualité est également une opération coûteuse.

Les composites renforcés de faisceaux à torsion nulle surpassent donc les composites fabriqués avec des fils torsadés en termes de propriétés mécaniques malgré une plus faible résistance à sec des rovings, constatée par Goutianos et al [72]. Dans certains cas, elle peut être suffisamment importante pour permettre la production des textiles tissés servant de renfort aux composites. L'amélioration des propriétés est due au fait que les fibres soient mieux alignées avec l'axe principal du faisceau dans un tissu fait de rovings. Une réduction du coût est également à signaler, car les fibres utilisées comme renforts passent par moins d'étapes de préparation. Un avantage supplémentaire lié à leur utilisation est qu'ils permettent une distribution plus homogène des fibres dans le matériau composite [24]. Concernant les fibres de lin, la manière la plus optimale de les utiliser comme renforts tissés est donc de choisir un angle de torsion suffisamment élevé pour permettre le tissage, mais suffisamment faible pour limiter l'effet négatif du désalignement sur les propriétés mécaniques du composite [72].

2.7.4 Influence de l'ondulation

Une ondulation des fils est introduite là où ils s'entrelacent lors du processus de tissage [73]. Elle est décrite par l'équation 2.1 :

$$c = \frac{l_1 - p_2}{p_2} \quad (2.1)$$

où l_1 et p_2 sont représentés à la Figure 2.22. Une désorientation hors du plan des fibres est ainsi provoquée par l'ondulation des fils. Une inclinaison prononcée des fibres combinée à l'anisotropie du fil imprégné, entraîne une réduction de la rigidité du composite, dans le sens de la chaîne et celui de la trame [24]. Cela se produit

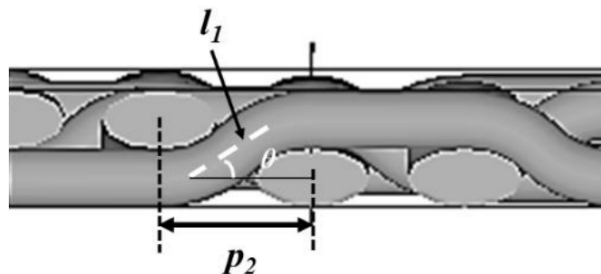


FIGURE 2.22 – Définition de l'ondulation [24]

malgré une augmentation de la fraction volumique de fibres lorsque l'ondulation croît [74]. Curtis et al. [75] ainsi que Duc et al. [76] en font la démonstration dans leur étude, respectivement pour des composites renforcés de fibres de carbone et de tissus sergés en lin. Une réduction moyenne de 20% est ainsi trouvée pour la résistance à la traction et la rigidité de composites renforcés de tissus en fibres de carbone comparé à plusieurs autres configurations de stratifié ayant des couches UD non ondulées. L'ondulation des fils peut également provoquer des perturbations localisées des contraintes et ainsi entraîner l'initiation de dommages dans le matériau composite [77].

Portée du travail

Cette section a pour objectif de décrire la portée de ce travail ainsi que d'expliquer le contexte dans lequel il intervient. Elle précise également les essais réalisés avant de détailler les matériaux et les méthodes employés pour y parvenir au chapitre 4. Les résultats obtenus sont ensuite présentés et discutés au chapitre 5.

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet Macobio (fonds FEDER) dont l'un des objectifs principaux est le développement de matériaux composites à faible empreinte carbone. Le présent travail vise à concevoir et à caractériser des plaques composites en résines époxy biosourcées InfuGreen 810 renforcées de fibres de lin, basalte ou carbone. En outre, pour déterminer leurs propriétés, il est indispensable d'avoir une bonne compréhension des matériaux les constituants, notamment leur réponse sous chargement et les facteurs influençant leurs comportements. Les mémoires de master de Van Innis et de Jost de (2020) se sont concentrés sur l'étude de la résine InfuGreen 810 en déterminant sa résistance à la rupture et en analysant son comportement en fluage, dans des conditions cycliques ainsi que sous un chargement en traction et en compression [4] [5]. D'autre part, l'état de l'art présente des résumés concernant les fibres de lin, de basalte et de carbone, les résines époxy biosourcées ainsi que les architectures textiles employées comme renfort dans le présent travail.

La caractérisation des matériaux composites a été divisée en deux mémoires de Master, celui-ci et celui réalisé par Mazy [6]. Ils présentent la conception et l'étude de différents composites :

- résine biosourcée InfuGreen 810 – fibres de lin UD ;
- résine biosourcée InfuGreen 810 – tissus sergé 2×2 en lin ;
- résine biosourcée InfuGreen 810 – tissus sergé 2×2 en basalte ;
- résine biosourcée InfuGreen 810 – tissus satin 5 en carbone.

Plusieurs essais mécaniques ont été effectués sur ces composites dans le but de déterminer certaines propriétés. Parmi ceux-ci, nous avons :

- Essai de traction uniaxiale ;
- Essai de compression avec chargement combiné (Combined Loading Compression, CLC) ;
- Essai de flexion 3 points ;

- Essai de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (Apparent Interlaminar Shear Strength, ILSS) ;
- Essai de cisaillement dans le plan (In-Plane Shear, IPS) ;
- Essai de dureté Vickers par micro-indentation.

Des fils de lin et de basalte ainsi que les fibres élémentaires les constituant ont également été caractérisés grâce à des essais de traction.

Les plaques composites renforcées de tissus satin 5 en carbone et celles renforcées de tissus sergé 2×2 en lin sont analysées dans les deux mémoires de Masters. Ils se distinguent par l'analyse des plaques composites restantes. Les plaques renforcées de fibres de lin UD sont étudiées dans le travail de Mazy et celles renforcées de tissus sergé 2×2 basalte sont étudiées dans le présent travail. Une comparaison entre l'utilisation de fibres de lin UD ou tissées comme renfort est ainsi opérée dans le mémoire de Master de Mazy tandis que dans ce travail, une comparaison des matériaux dont sont faits les renforts (basalte, lin, carbone) est réalisée. La discussion sera d'abord centrée sur une mise en balance des résultats obtenus avec ceux trouvés dans la littérature, pour ensuite se concentrer sur la comparaison proprement dite des matériaux utilisés comme renforts dans les plaques composites. Des images obtenues par Scanning Electron Microscopy (SEM) sont également utilisées pour appuyer certaines justifications.

La caractérisation de ces nouveaux matériaux composites réalisée dans les deux mémoires de Master sert de première investigation à l'UCLouvain les concernant. Ainsi, les résultats obtenus constituent une bonne base de comparaison pour les futures recherches liées à ce sujet. De plus, ces travaux peuvent être utilisés pour essayer de nouvelles méthodes de production et de découpe des éprouvettes, au travers des remarques faites et ainsi trouver celles les plus adéquates pour ces plaques composites.

Matériaux et méthodes

Cette section présente d'abord les matériaux utilisés pour concevoir les plaques composites, à savoir la résine époxy biosourcée et les différents renforts (tissus lin, basalte et carbone). Ensuite, la méthode de préparation des plaques et les tests mécaniques réalisés sont présentés avec les différentes conditions expérimentales. Une fois que les échantillons ont été testés, leur surface de fracture a été analysée avec un SEM, une sous-section y est consacrée.

4.1 Matériaux

4.1.1 Résine bio-époxy

Dans le présent travail, le mélange d'un durcisseur et de la résine époxy SR InfuGreen 810 commercialisée par la société française *Sicomini*TM (Châteauneuf les Martigues, France) est utilisé comme matrice pour les plaques composites. Il s'agit d'une résine époxy biosourcée avec 38% de carbone d'origine végétale, ayant un impact environnemental plus faible que les systèmes époxy standard [78]. Elle est durcie à l'aide d'un durcisseur polyamine issu du pétrole, SD 4771 Ultra-Slow, provenant également de la société *Sicomini*TM. Un système époxy à deux composants est ainsi formé en mélangeant 77,5% en poids de résine et 22,5% en poids de durcisseur. Leur composition et leurs propriétés sont indiquées dans le tableau 4.1 [4]. Ce système est spécialement formulé pour les procédés de transfert de résine tels que l'injection ou l'infusion, ayant une faible viscosité à température ambiante. Il convient également de préciser qu'en raison de l'origine pétrolière du durcisseur, le biocontenu final du système époxy n'est plus que d'environ 29%. De plus, aucune biodégradabilité n'est signalée [5].

4.1.2 Tissu lin

Le renforcement en fibres naturelles utilisé dans ce travail consiste en un tissu de lin à armure sergée 2×2 avec un poids surfacique de $150 [g/m^2]$ (FlaxDry-BL150), commercialisé par la société française Eco-Technilin [79]. Il est conçu de fils torsadés de chaîne et de trame, tous deux 100% lin. Selon le fournisseur, ce tissu sergée 2×2 non ensimé est destinée à être utilisée dans la fabrication de matériaux composites pour le drapage à la main, l'infusion, la presse RTM [79]. Il est compatible avec la plupart des résines liquides thermodurcissables (époxy, polyester insaturé, vinylester, etc). Peu d'informations sont disponibles sur celui-ci,

	SR InfuGreen 810	SD 4771
Composition	Éther diglycidyle de bisphénol A Formaldehyde Éther de butanediol-1,4 diglycidique	Etherdiamine 4-méthylcyclohexane-1,3-diamine 2-méthylcyclohexane-1,3-diamine
Apparence	Liquide clair	Liquide jaune clair
Masse volumique à 20°C [kg/m ³]	1,16	0,944
Viscosité à 20°C [mPa.s]	1200	11
Teneur en Bio-carbone [%]	38	0

TABLE 4.1 – Composition, apparence, masse volumique, viscosité et teneur en biocarbone de la résine époxy SR InfuGreen 810 et du durcisseur SD 4771 [78]

car il s'agit d'un produit en voie de développement. L'échantillon reçu était sous forme de rouleau, ayant une largeur standard de 1000 [mm].

4.1.3 Tissu basalte

Des tissus de fibres de basalte en armure sergée 2×2 (Filava 1000 100 100 127T) avec un poids surfacique de 200 ± 5 [g/m²] ont été fournis par ISOMATEX S.A. – Advanced Fibres Manufacturer (Les Isnes (Gembloux), BELGIUM) [80]. Ils sont conçus à partir de *FILAVA*TM rovings faits de filaments continus pour textiles techniques et composites haute performance, ayant un diamètre de 11 [μm]. Les fils non torsadés de chaîne et de trame ont tous deux une densité linéaire nominale de 100 ± 5 TEX. L'échantillon reçu sous format A4 a une épaisseur de $0,2 \pm 0,03$ [mm]. Selon le fournisseur, le tissu sergé 2×2 est 100% compatible avec les résines époxydes (mouillabilité haute, adhérence haute). En effet, un ensimage est appliqué sur les fibres, assurant une excellente infusion et adhésion de la résine au renfort.

4.1.4 Tissu carbone

Un tissu de fibre de carbone en armature satin 5 (G0926 D 1304 TCT INJ E01-2F) avec un poids surfacique de 375 [g/m²] et une épaisseur de 0,38 [mm], a également été utilisé comme renfort pour certaines plaques composites produites dans le cadre de ce mémoire [81]. Il est produit par HEXCEL HexForce et conçu à partir de rovings faits de filaments en carbone à module standard (HTA40 E13 6K), ayant un diamètre de 7 [μm]. Les fils non torsadés de chaîne et de trame ont tous deux une densité linéaire nominale de 400 TEX. Le tissu satin 5 est recouvert d'une poudre époxy servant de liant. L'échantillon reçu est séparé en deux formats :

- des tissus de 200×200 [mm] fournis par la société ISOMATEX S.A. – Advanced Fibres Manufacturer ;
- des tissus de 500×500 [mm] fournis par la société SONACA.

4.2 Méthodes

4.2.1 Préparation des éprouvettes composites

Lors de la préparation des éprouvettes, une séquence de plusieurs étapes doit être réalisée pour obtenir des spécimens qui peuvent être testés par la suite. Elle est décrite ci-dessous.

(1) Préparation du moule

La conception des plaques composites a eu lieu dans trois moules ayant des dimensions différentes :

- (i) Un moule métallique pour fabriquer des plaques de 100×100 [mm] ;
 - (ii) Un moule métallique pour fabriquer des plaques de 200×200 [mm] ;
 - (iii) Un moule métallique pour fabriquer des plaques de 500×500 [mm].
- Il s'agit du moule utilisé lors de la conception de composites fabriqués par moulage par transfert de résine (resin transfer molding (RTM)), nécessitant une préparation différente des deux autres moules.

Chaque moule est dans un premier temps, nettoyé à l'acétone. La préparation diffère ensuite entre les moules métalliques de plus petites tailles et celui de 500×500 [mm].

Pour les moules 100×100 [mm] et 200×200 [mm], leurs parois sont enduites d'un agent de démoulage : Loctite Frekote 700 NC [82]. Une période d'attente de 15 minutes est nécessaire après avoir appliqué le produit, puis la démarche est répétée une seconde fois. Des bandes de teflon sont également nettoyées à l'acétone puis enduites d'agent de démoulage à deux reprises. Elles sont placées à l'interface entre le mélange époxy-durcisseur et le moule pour éviter d'éventuels coups dans la plaque composite dus à un mauvais état de surface des parois du moule ainsi que pour faciliter son démoulage. Finalement, les différentes parties du moule sont fixées ensemble à l'aide de vis.

En ce qui concerne le moule 500×500 [mm], un nettoyant (*ZyvacWaterClean*) est utilisé pour laver les différentes parties du moule en contact avec le mélange résine-durcisseur [83]. Elles sont ensuite rincées à l'eau, puis après un temps de séchage, un second produit (*ZyvacSealProofTM*) est appliqué une première fois suivi d'une période d'attente de 30 minutes, puis une seconde fois suivie d'une période d'une heure [84]. Ce produit permet de surmonter la porosité des surfaces de moules. Finalement, un agent de démoulage est enduit à deux reprises sur les parois du moule, avec un temps d'attente de 15 minutes après la première couche et de 45 minutes après la seconde (*Zyvac Release Agent*) [85]. L'ensemble des produits utilisés est de la marque Chem-Trend. De plus, selon l'épaisseur des plaques composites, des plaques métalliques étaient parfois ajoutées dans le moule pour avoir un contact entre le contenu du moule et sa partie supérieure.

(2) Préparation du mélange époxy-durcisseur et découpe des plis de tissu

Avant de polymériser le système époxy, le durcisseur et la résine sont versés dans un bécher. L'ensemble est mis en mouvement à l'aide d'un agitateur pour obtenir un mélange homogène.

D'un autre côté, les plis sont découpés dans le tissu à l'aide d'un ciseau. Leurs dimensions sont légèrement inférieures à celles du moule pour faciliter leur entrée du pli dans ce dernier.

(3) Préparation du mélange époxy-durcisseur et découpe des plis de tissu

Le dégazage du système époxy et le séchage des plis ne sont pas effectués pour toutes les plaques composites. Ces deux étapes sont utilisées comme paramètres variant d'une plaque à l'autre dans le but de voir leur éventuel impact sur les propriétés du composite. Le séchage des plis est uniquement utilisé pour le tissu lin car la teneur en eau des fibres de lin à leur état naturel est nettement plus importante que celles des fibres céramiques utilisées dans le cadre de ce mémoire.

Dégazage : Le système époxy est mis sous vide dans le but d'éliminer l'air emprisonné dedans lors du mélange de la résine avec le durcisseur. Pour les moules 100×100 [mm] et 200×200 [mm], cette étape a lieu dans une étuve à la température ambiante et durant environ 20 minutes. En observant le mélange à l'oeil nu, il est possible de voir des bulles remonter à la surface et ainsi juger si le dégazage est suffisant. Dans le cas du moule 500×500 [mm], une pompe permet de tirer le vide lorsqu'il est fermé. Cette étape a à nouveau lieu à température ambiante. Il permet un meilleur dégazage que pour les deux moules plus petits, car il élimine l'air également emprisonné lors du badigeonnage des tissus de fibres.

Cette étape est importante, car les bulles d'air piégées dans la plaque composite peuvent affecter négativement ses propriétés mécaniques en créant de la porosité.

Séchage : Les plis ont été séchés dans un four à la température de 70°C . Cette étape a lieu à la pression atmosphérique durant une période allant de 2 à 3 heures.

(4) Remplissage du moule

Les stratifiés composés de 4 à 12 plis ont été préparés par la technique de stratification à la main (hand lay-up technique). Ainsi, les plis de tissu ont été placés dans les moules puis recouverts du système époxy les uns après les autres jusqu'à atteindre le nombre de couches souhaitées. Ensuite, les moules sont fermés et mis sous pression. Pour les moules 100×100 [mm] et 200×200 [mm], la pression exercée sur les stratifiés n'est pas uniforme et ni quantifiable, car elle est appliquée à l'aide de serre-joints tandis que pour le moule 500×500 [mm], la pression est uniforme et imposée par la presse RTM à 9 [bar]. Il faut également noter que les tissus de fibres ont été enduits à l'aide de rouleaux et de pinceaux.

Il faut également noter qu’une attention particulière doit être portée sur la séquence d’empilement des plis, lors de la conception d’un stratifié composite. Elle doit être de préférence équilibrée¹ et symétrique², comme le montre la figure 4.1 [24] [87]. Cela permet d’éviter l’apparition de déformations (voilement et gauchissement) après le démoulage de la plaque composite.

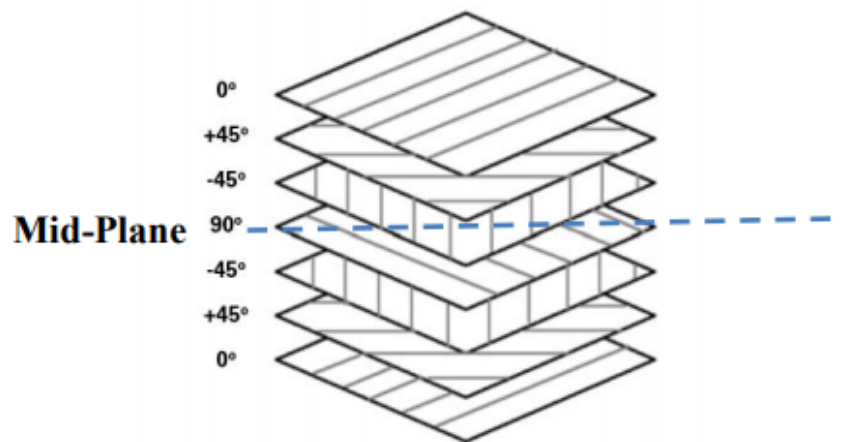


FIGURE 4.1 – Exemple d’empilement équilibré et symétrique réalisé à partir de renforts en UD [87] [24]

(5) Cycle de durcissement

Dans le présent travail, l’ensemble des plaques composites étudiées ont subi le même cycle de durcissement. Ainsi, une fois le stratifié préparé dans le moule, il est laissé à durcir pendant environ 36 heures à température ambiante. Au cours de cette étape, une réaction entre la résine et le durcisseur a lieu et donne un réseau réticulé tridimensionnel. De ce fait, le degré de conversion et la viscosité du système époxy augmentent.

La plaque composite est ensuite retirée du moule, puis elle post-cuite progressivement de la température ambiante à 80°C . Elle est donc placée dans un four où la température augmente à une vitesse de $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Arrivée à 80°C , la température est maintenue pendant quatre heures. Finalement, la plaque est refroidie de 80°C à la température ambiante avec une vitesse de refroidissement d’environ $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La post-cuisson permet d’augmenter le degré de conversion.

(6) Découpe et mesure des éprouvettes

Une fois les plaques composites terminées, les éprouvettes, toutes de forme rectangulaire, ont été découpées aux dimensions souhaitées par découpe mécanique

1. Équilibré : comportant autant de couches orientées suivant la direction $+\theta$ que de couches orientées suivant la direction $-\theta$ [86].

2. Symétrique : comportant des couches disposées symétriquement par rapport à un plan moyen [86]

à l'aide d'une fraiseuse ou par découpe jet d'eau. Leur largeur a ensuite été mesurée avec un pied à coulisse et leur épaisseur avec un palmeur. Les mesures des dimensions ont été effectuées en trois endroits différents le long de l'éprouvette afin d'obtenir une valeur moyenne et un écart type.

Nomenclature et résumé des plaques composites fabriquées

Le tableau ci-dessous (inclus dans la figure 4.2) résume les plaques composites fabriquées dans le cadre de ce mémoire de Master. Plusieurs informations les concernant s'y retrouvent telles que :

- leur nom ;
- les dimensions du moule employé ;
- la nature des fibres, l'empilement et l'armature ;
- le type d'empilement du stratifié et le nombre de plis qu'il contient ;
- le séchage des fibres et/ou le dégazage du système époxy, la température au cours du durcissement, la pression appliquée lors de celui-ci, la mise sous vide et l'application d'une post-cuisson ;

La production des plaques composites a été séparée en deux campagnes. Les éprouvettes extraites des plaques produites lors de la première campagne (en bleu foncé) ont été découpées à l'aide d'une fraiseuse. D'autre part, les éprouvettes provenant des plaques produites lors de la seconde campagne (en bleu clair) ont été découpées par découpe jet d'eau.

La nomenclature utilisée pour les plaques composites conçues suit la logique suivante :

- (10, 20 ou RTM) indiquent le moule utilisé pour concevoir la plaque, respectivement 100×100 [mm], 200×200 [mm] et 500×500 [mm] ;
- (L, B ou C) nous informent sur la nature des fibres utilisées, à savoir L pour lin, B pour basalte et C pour carbone ;
- (S, G) représentent l'armure du tissu, à savoir S pour sergé 2×2 et G pour satin 5 ;
- le chiffre qui suit permet de distinguer les plaques qui sont identiques sur l'ensemble des points cités ci-dessus. Elles diffèrent seulement sur les paramètres : dégazage du système époxy-durcisseur et/ou un séchage préalable des fibres.

Ainsi "RTMC8G₀" est une plaque de 8 plis provenant du moule 500×500 [mm] et faite d'un tissu satin 5 en carbone.

Nomenclature		Moule	Fibres		Empilement	
			Nature	Armure	Type	Nbr plis
1	20C4G_0	20x20	carbone	satin 5	0/90	4
2	20C8G_0	20x20	carbone	satin 5	0/90	8
3	20B12S_0	20x20	basalte	sergé 2x2	0/90	12
4	10B4S_0	10x10	basalte	sergé 2x2	0/90	4
5	20L12S_0	20x20	lin	sergé 2x2	0/90	12
6	RTML12S_0	RTM	lin	sergé 2x2	0/90	12
7	20L12S_1	20x20	lin	sergé 2x2	0/90	12
8	20L12S_2	20x20	lin	sergé 2x2	0/90	12
9	20B8S_0	20x20	basalte	sergé 2x2	0/90	8
10	20C12G_0	20x20	carbone	satin 5	0/90	12
11	RTMC8G_0	RTM	carbone	satin 5	0/90	8

Nomenclature		Cuisson						N°
		Fibres séchées	Système dégazé	T [°C]	P [bar]	Vide	Post-cuisson	Campagne
1	20C4G_0	N	N	TA	SJ	N	O	2
2	20C8G_0	N	N	TA	SJ	N	O	2
3	20B12S_0	N	N	TA	SJ	N	O	1
4	10B4S_0	N	N	TA	SJ	N	O	1
5	20L12S_0	N	N	TA	SJ	N	O	2
6	RTML12S_0	O	O	TA	9	O	O	2
7	20L12S_1	O	N	TA	SJ	N	O	2
8	20L12S_2	O	O	TA	SJ	N	O	2
9	20B8S_0	N	N	TA	SJ	N	O	2
10	20C12G_0	N	O	TA	SJ	O	O	2
11	RTMC8G_0	N	O	TA	9	O	O	2

FIGURE 4.2 – Tableau récapitulatif des plaques composites produites dans le cadre du présent travail, où P = Pression, T = Température, TA = Température Ambiante, JS = Serre-Joint, O = Oui et N = Non

4.2.2 Préparation des éprouvettes fibres élémentaires/ fils

Les étapes suivies pour préparer les éprouvettes fibre/fil sont reprises du travail de Lopes Amaro [88]. La préparation des éprouvettes de traction consiste à isoler les fibres élémentaires/ fils et à les placer sur des supports papier pour ensuite mesurer leur diamètre et réaliser l'essai de traction.

(1) Isolation des fibres élémentaires/ fils

Des essais de traction sur des fils de chaîne et de trame issus des tissus sergé 2×2 en lin et en basalte ont été réalisés. Le choix de tester également des fibres élémentaires venant de ces mêmes tissus a été fait puisqu'elles constituent le niveau hiérarchique auquel les propriétés mesurées présentent les plus faibles déviations par rapport au comportement idéal pour la fibre de lin. En effet, l'utilisation des fibres élémentaires plutôt que des fibres techniques pour le lin permet d'éviter la réduction des propriétés mécaniques en raison du glissement des fibres élémentaires les unes sur les autres dans le faisceau. D'un autre côté, le filament constitue l'élément de base du tissu sergé 2×2 en basalte. L'extraction des fils n'a pas suscité de difficultés particulières. Seule une pince était nécessaire pour les isoler des tissus sergé 2×2 .

L'isolement des fibres élémentaires a cependant nécessité un protocole plus long et minutieux. Il est brièvement décrit ci-dessous :

1. A l'oeil nu et à l'aide de pinces, de petits faisceaux sont séparés des fils. Les échantillons obtenus au bout de cette étape consistaient généralement en

- des faisceaux contenant 1 à 3 fibres élémentaires ;
2. Les faisceaux étaient ensuite séparés davantage à l'aide d'un binoculaire et d'une lame de rasoir. Cela permettait d'identifier les faisceaux contenant plusieurs fibres élémentaires et de les isoler ;
 3. Une microscopie optique en mode transmission a finalement permis d'éliminer les échantillons (= specimens) de plus d'une fibre élémentaire restant.

(2) Placement sur un support

Pour faciliter la manipulation des échantillons, les maintenir droit et assurer un bon serrage, ils ont été collés sur des supports en papier à l'aide de colle acrylique. Leur gabarit (basées sur le travail de Lopes Amaro [88]) est présenté à la Figure 4.3. La longueur de la grande diagonale du losange est respectivement de 21,05 [mm] et 47,65 [mm] pour les fibres élémentaires et les fils. L'alignement correct des fibres/fils avec cette diagonale a été tant que possible respecté afin d'éviter les forces parasites dans le plan transversal pendant la charge de traction.

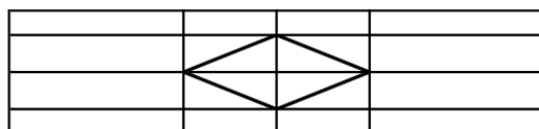


FIGURE 4.3 – Gabarit des supports papier

(3) Mesure de la section transversale

La détermination de la section transversale des fibres élémentaires ainsi que des fils issus des tissus 2×2 en basalte et en lin est une étape importante, dont les hypothèses peuvent considérablement affecter les résultats finaux.

Dans le présent travail, les fibres élémentaires ont été assimilées à des cylindres dont les diamètres ont été déterminés en prenant les valeurs moyennes obtenues à partir de micrographies longitudinales. En effet, une géométrie cylindrique simplifiée est généralement employée pour déterminer la section transversale pour les tests mécaniques. Cette approximation convient également aux filaments de basalte, pour lequel un diamètre est fourni par le fabricant.

Pour les fils de lin et de basalte, leurs sections transversales sont supposées être respectivement de forme circulaire et elliptique. Ces approximations sont justifiées par les images SEM des figures 4.4.a et b. Dans le cas du basalte, la longueur du grand axe de l'ellipse peut être déterminée à l'aide de micrographies longitudinales tandis que celle du petit axe est estimée avec les épaisseurs des tissus sergés 2×2 basalte.

Le protocole suivi pour déterminer approximativement le diamètre des cylindres et la longueur du grand axe des ellipses à partir des micrographies longitudinales est le suivant. Plusieurs mesures des dimensions caractéristiques des échantillons collés sur les supports en papier ont été prises à partir de micrographies longitudinales. Elles ont été faites à l'aide d'un microscope optique (Olympus AX70) en mode

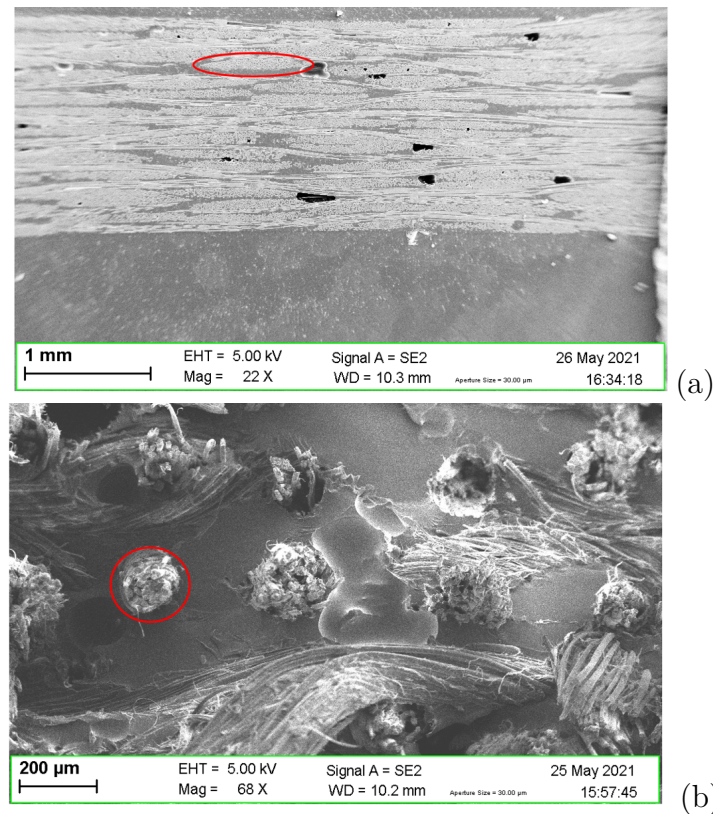


FIGURE 4.4 – Images SEM des sections transversales (a) du tissu sergé 2×2 basalte et (b) du tissu sergé 2×2 lin

transmission. Les mesures ont été prises en trois endroits différents le long de l'échantillon, afin d'obtenir une valeur moyenne et un écart-type.

4.2.3 Préparation des pralines pour la micro dureté

Des pralines ont été fabriquées pour effectuer des essais de micro dureté. Le protocole suivi pour les concevoir est décrit ci-dessous :

1. Des morceaux d'échantillons ont été prélevés d'une plaque composite renforcée de tissus sergé 2×2 en basalte à l'aide d'une cisaille ;
2. Ils ont ensuite été enrobés d'une résine époxy dans de petits contenants cylindriques enduits de vaseline ;
3. Après le durcissement de la résine, les pralines ont été retirées de leur contenant pour subir un prépolissage et un polissage.

Le prépolissage a été effectué grâce à la meuleuse/polisseuse Metaserv 2000. La force appliquée pour maintenir l'échantillon sur le papier abrasif SiC était produite manuellement. Pour le polissage, elle provenait d'une machine.

4.2.4 Microscopie électronique à balayage

À l'aide d'un microscope électronique à balayage (Scanning Electron Microscope (SEM)) Ultra 55, les surfaces de rupture de certains spécimens ayant subis des essais de traction ainsi que les surfaces des pralines utilisées pour la micro dureté ont été observées. Une fois la chambre du SEM dégazée pour atteindre une pression

de $10 - 6$ [mbar], les surfaces des échantillons sont bombardées par un faisceau d'électrons pénétrant dans la matière et provoquant l'émission d'électrons secondaires. Ces derniers sont ensuite détectés par des capteurs et un logiciel analyse les signaux résultants pour obtenir des images de la surface observée [4].

Des étapes de prétraitement sont nécessaires avant les observations au SEM. Les échantillons doivent avoir une hauteur comprise entre 20 et 40 [mm] pour observer la surface en une seule prise. Ils sont ensuite collés sur un support conducteur avec de la laque d'argent. Leur orientation dans la chambre du SEM par rapport à la direction du faisceau d'électrons varie de perpendiculaire à parallèle en passant par une direction de 45° . Elle dépend de l'échantillon observé et à pour but d'obtenir une image de la surface la plus exploitable possible. Un chemin conducteur reliant la surface au support est également dessiné avec la laque d'argent. Comme certains échantillons n'étaient pas conducteurs, un revêtement Au/Pd ou C a été appliqué sur leur surface. Il permet d'éviter la charge de l'échantillon lors de l'observation en évacuant les électrons de la surface au travers du chemin conducteur en laque d'argent. Les échantillons sont finalement prêts à être observés au microscope électronique à balayage.

4.2.5 Essai de traction sur des fibres élémentaires et fils

Des essais de traction ont été réalisés sur des fibres élémentaires ainsi que sur des fils issus des tissus sergé 2/2 en basalte et en lin dans le but de déterminer leurs propriétés mécaniques. La machine utilisée est un testeur mécanique universel (UMT) de Bruker équipée d'une cellule de charge $0 \sim 10$ [N] pour les fibres élémentaires ou d'une cellule de charge $0 \sim 500$ [N] pour les fils. Le protocole suivi est repris du travail de Lopes Amaro dans lequel des essais similaires ont été effectués pour des fibres élémentaires de lin non traitées [88]. Un résumé des étapes est présenté ci-dessous :

1. L'éprouvette est serrée dans l'équipement au niveau des points de colle le fixant au support en papier. L'alignement des fibres et fils avec la direction axiale de la traverse a été tant que possible respecté pour éviter les forces parasites dans le plan transversal ;
2. Le support papier a ensuite été coupé en son milieu des deux côtés, libérant l'échantillon maintenant soutenu par le serrage ;
3. L'expérience est ensuite réalisée en utilisant une vitesse de déplacement de $0,017$ [mm/s] (≈ 1 [mm/min]). Une fois l'échantillon rompu, l'acquisition de données est arrêtée. La rupture de la fibre est déterminée visuellement et confirmée par la chute à zéro de la force de traction enregistrée ;
4. L'éprouvette est finalement retirée de l'équipement.

La figure 4.5 montre le testeur mécanique universel (UMT) de Bruker et la configuration utilisée pour réaliser les essais de traction.

En utilisant les dimensions de l'éprouvette préalablement mesurées, les données brutes mesurées comme Force-Position, ont été converties en Contrainte-Déformation. Le module de Young de l'échantillon est également déterminé. Il correspond à la pente de la courbe contrainte-déformation avant rupture. Sa résistance à la traction et sa déformation à la rupture sont quant à elles prises comme

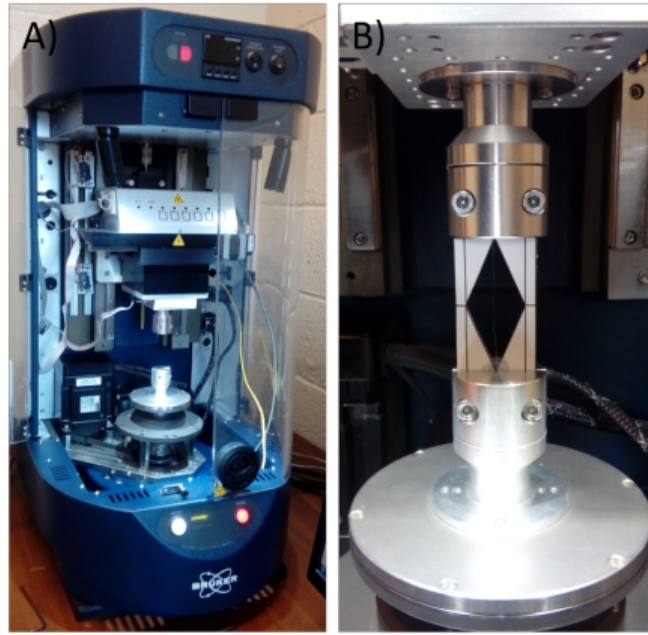


FIGURE 4.5 – A) Testeur mécanique universel (UMT) de Bruker - machine utilisée pour les essais de traction. B) Éprouvette de traction serrée dans les mors de la machine [88]

les coordonnées du dernier point de la courbe contrainte-déformation.

4.2.6 Essai de traction uniaxiale sur les éprouvettes composites

Pour évaluer les propriétés en traction des différents matériaux composites conçus, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés. Le but de ces essais était de déterminer le module d'élasticité sécant ainsi que la résistance et la déformation ultimes à la traction. La démarche suivie pour les réaliser est inspirée de la norme ASTM D3039 version 2014 [89].

Éprouvettes

La géométrie des éprouvettes est fixée par la norme comme étant une bande plate de sections rectangulaires constantes. Ainsi la longueur et la largeur sont respectivement de 250 [mm] et 25 [mm] pour une orientation balancée et symétrique des fibres renforçant le matériau composite. Cependant, seules les éprouvettes provenant des plaques 500 × 500 [mm] respectaient ces dimensions puisqu'elles n'étaient pas limitées par la taille de cette dernière. D'autres dimensions ont été choisies pour les éprouvettes provenant des plaques 100 × 100 [mm] et 200 × 200 [mm]. Les éprouvettes issues des plaques 100 × 100 [mm] ont donc une longueur de 80 [mm] pour une largeur de 12 [mm] tandis que ceux provenant des plaques 200 × 200 [mm] ont une longueur de 190 [mm] pour une largeur de 15 [mm]. D'un autre côté, l'épaisseur des éprouvettes n'a pas été contrôlée de manière précise lors de la production des plaques composites. Elle varie donc selon le nombre de plis de tissus et le matériau utilisé pour concevoir le stratifié. Le tableau 4.2 récapitule les différentes éprouvettes de traction extraites des plaques composites.

Nom de la plaque	Nombre d'éprouvette
10B4S_0	T1, T2
20B12S_0	T1, T2, T3
20B8S_0	T1, T2, T3, T4
20C4G_0	T1, T2, T3, T4
20C8G_0	T1, T2, T3, T4
20C12G_0	T1, T2, T3, T4
RTMC8G_0	T1, T2, T3, T4, T5, T6
20L12S_0	T1, T2, T3, T4
20L12S_1	T1, T2, T3, T4
20L12S_2	T1, T2, T3, T4
RTML12S_0	T1, T2, T3, T4, T5, T6

TABLE 4.2 – Tableau récapitulatif des différentes éprouvettes de traction fabriquées par plaques composites

Essais mécaniques

Avant d'effectuer l'essai de traction, l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette ont été mesurées en trois endroits différents le long de celle-ci dans le but de déterminer leurs valeurs moyennes. La surface moyenne de l'éprouvette a ensuite été calculée à l'aide de ces données.

L'éprouvette est ensuite serrée dans les mors d'une machine Zwick de 50 $[kN]$ à entraînement par vis en prenant soin d'aligner au mieux son axe long avec la direction de l'essai. Après coup, un chargement est appliqué à l'éprouvette au travers d'un déplacement de traverse constant jusqu'à sa rupture. La vitesse de déformation est de 2 $[mm/min]$. La force est enregistrée au cours de l'essai mécanique. Un extensomètre à ciseaux est quant à lui utilisé pour mesurer la déformation. L'espacement initial entre ses deux bras était d'environ 20, 50, 70 ou 75 $[mm]$ selon la longueur de l'éprouvette.

Une machine hydraulique Zwick Z250 de 250 $[kN]$ a été utilisée pour les éprouvettes de traction en carbone d'une longueur de 250 $[mm]$. En effet, la précédente machine d'essais mécaniques ne parvenait pas à les rupturer.

Une précharge de 30 $[N]$ est appliquée pour les éprouvettes ayant une longueur de 190 $[mm]$ ou 250 $[mm]$ tandis que pour celles avec une longueur de 80 $[mm]$, la précharge était limitée à 10 $[N]$. Le rôle d'une précharge est d'éviter la formation d'un pied de courbe au début du graphique Contrainte-Déformation. Il apparaît en raison d'artefacts indésirables comme l'alignement ou l'assise de l'échantillon ou encore la non-uniformité lors de la prise [5]. Les machines employées étaient situées dans une pièce où la température était maintenue à 23°C et l'humidité à 50%.

En utilisant la surface moyenne de l'éprouvette préalablement calculée, les données brutes mesurées comme Force-Position, sont converties en Contrainte-Déformation. Le module d'élasticité sécant est calculé sur une plage de déformation

axiale de 1000 à 3000 $[\mu m/m]$ en utilisant l'équation 4.1. Si les données ne sont pas disponibles aux points d'extrémité exacts de la plage de déformation, les points de données disponibles les plus proches sont utilisés.

$$E_t = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} \quad (4.1)$$

où E_t est le module d'élasticité sécant en traction $[GPa]$, $\Delta\sigma$ est la différence de la contrainte de traction appliquée entre les deux points de déformation $[MPa]$, et $\Delta\epsilon$ est la différence entre les deux points de déformation.

La résistance ultime du matériau peut être déterminée à partir de la force maximale supportée avant la rupture. La déformation associée correspond quant à elle à la déformation ultime en traction.

Pour chaque série d'essais, la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation (en pourcentage) sont calculés pour chaque propriété déterminée.

4.2.7 Essai de compression avec chargement combiné (CLC)

Pour évaluer les propriétés à la rupture en compression et de rigidité des matériaux composites conçus, des essais mécaniques ont été réalisés à l'aide d'un montage d'essai de compression avec chargement combiné. Le module d'élasticité sécant en compression ainsi que la résistance et la déformation ultimes à la compression sont ainsi déterminés. La démarche suivie pour les réaliser est inspirée de la norme ASTM D6641 version 2014 [90].

Éprouvettes

L'éprouvette est une bande rectangulaire de sections constantes. Les dimensions et les tolérances des éprouvettes doivent être conformes aux exigences de la figure 4.6. Deux jauges de déformation axiale à un élément sont également montées dos à dos sur les faces de l'éprouvette en son centre.

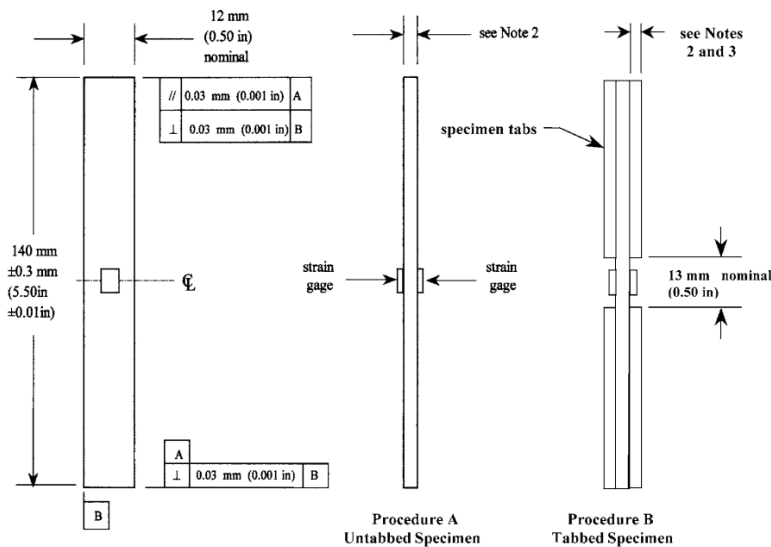


FIGURE 4.6 – Configuration typique d'une éprouvette de compression [90]

La majorité des éprouvettes ont donc une longueur de 140 [mm] et une largeur de 12 [mm]. Cependant, certaines d'entre elles ont une longueur légèrement supérieure, de 150 [mm] à cause d'une erreur commise dans le plan de découpe des plaques composites 200 × 200 [mm] de la seconde campagne de production. Bien qu'aucune épaisseur d'éprouvette spécifique ne soit requise, certaines limitations existent. L'épaisseur doit être suffisante pour empêcher le flambement de la colonne d'Euler de l'éprouvette. Elle n'a pas été contrôlée de manière précise lors de la production des plaques composites. Un nombre de plis plus important a malgré tout été imposé aux stratifiés dont sont issues les éprouvettes de compression (de 8 à 12 plis). Le tableau 4.3 récapitule les différentes éprouvettes de compression extraites des plaques composites.

Nom de la plaque	Nombre d'éprouvette
20B12S_0	C1, C2, C3
20B8S_0	C1, C2, C3
20C4G_0	C1, C2, C3
20C8G_0	C1, C2
20C12G_0	C1, C2, C3
RTMC8G_0	C1, C2, C3, C4, C5
20L12S_0	C1, C2, C3
20L12S_1	C1, C2, C3
20L12S_2	C1, C2, C3
RTML12S_0	C1, C2, C3, C4, C5, C6

TABLE 4.3 – Tableau récapitulatif des différentes éprouvettes de compression fabriquées par plaques composites

Essais mécaniques

Avant d'effectuer l'essai de traction, l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette ont été mesurées en trois endroits différents le long de celle-ci à l'aide respectivement d'un palmeur et d'un pied à coulisse. Leurs valeurs moyennes ont ensuite été calculées pour déterminer la surface moyenne de l'éprouvette.

Les jauges de déformation sont ensuite reliées à l'appareil d'acquisition de données avec des fils conducteurs et l'éprouvette est installée dans le montage expérimental illustré à la figure 4.7. Il faut s'assurer lors de cette étape que les extrémités de l'éprouvette soient alignées avec les extrémités correspondantes du dispositif en raison de leur chargement partiel durant l'essai de compression. Un placement incorrect peut entraîner un écrasement prématuré de l'extrémité de l'éprouvette pendant la charge, une flexion induite excessive ou un flambage, ce qui peut invalider l'essai. Une fois l'éprouvette installée dans le montage, les huit vis sont serrées à un couple de 2,5 [Nm]. Après coup, le montage assemblé est placé entre les plateaux d'une machine Zwick Z250 de 250 [kN]. L'éprouvette est finalement comprimée à l'aide d'un chargement combiné en bout et en cisaillement jusqu'à sa rupture, tout en enregistrant les données de force, de déplacement et de déformation. Le mode, la zone et l'emplacement de la rupture de l'éprouvette sont également notés pour discuter a posteriori de la validité de l'essai. Il est

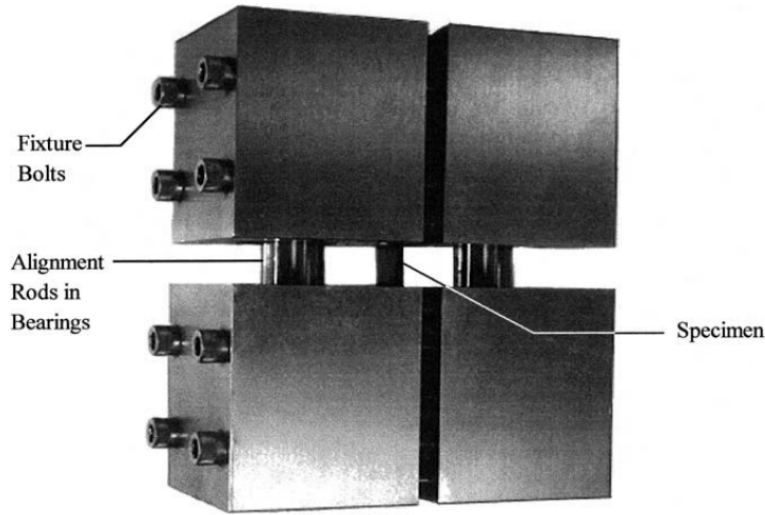


FIGURE 4.7 – Photographie d'un montage d'essai typique de compression avec chargement combiné [90]

réalisé avec un déplacement de traverse constant et à une vitesse de déformation de $1,3 \text{ [mm/min]}$.

Une précharge de 5 ou 20 $[N]$ est appliquée pour éviter la formation d'un pied de courbe au début du graphique Contrainte-Déformation. La machine d'essai de compression était située dans une pièce avec une température maintenue à $23^\circ C$ et une humidité relative constante de 50%.

L'utilisation de jauges de déformation dos à dos permet de mesurer la déformation de l'éprouvette en prenant la moyenne de leurs mesures. Il permet également de calculer le pourcentage de flexion B_y de l'éprouvette avec l'équation 4.2 et d'indiquer l'absence ou non de flambement d'Euler. Si ce pourcentage est inférieur à 10%, les résultats de l'essai sont considérés comme valides.

$$B_y = \frac{\epsilon_1 - \epsilon_2}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \cdot 100 \quad [\%flexion] \quad (4.2)$$

où ϵ_1 est la déformation indiquée par la jauge 1 et ϵ_2 , celle indiquée par la seconde jauge.

En utilisant la surface moyenne de l'éprouvette préalablement calculée, les données brutes mesurées comme Force-Position, sont converties en Contrainte-Déformation. Le module d'élasticité sécant en compression du stratifié est calculé sur une plage de déformation axiale de 1000 à 3000 $[\mu m/m]$ en utilisant l'équation [.]

$$E_c = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\epsilon_2 - \epsilon_1} \quad (4.3)$$

où E_c est module de compression $[MPa]$, σ_1 est la contrainte à ϵ_1 $[MPa]$, σ_2 est la contrainte à ϵ_2 $[MPa]$, ϵ_1 est la déformation la plus proche de 1000 $[\mu m/m]$, ϵ_2 est la déformation la plus proche de 3000 $[\mu m/m]$.

La résistance à la compression du stratifié peut être déterminée à partir de la force maximale supportée à la rupture. La déformation associée correspond quant à elle à la déformation ultime en compression. Le pourcentage de flexion de l'éprouvette doit être supérieur à 10% à cette déformation pour que les valeurs des propriétés à la rupture soient considérées comme valides.

Pour chaque série d'essais, la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation (en pourcentage) sont calculés pour chaque propriété déterminée.

4.2.8 Essai de flexion 3 points

Pour déterminer les propriétés en flexion des différents matériaux composites conçus, des essais de flexion trois-points ont été réalisés. Ces essais ont ainsi permis de déterminer le module d'élasticité en flexion ainsi que la résistance à la flexion, la déformation ultime associée. La démarche suivie pour les réaliser est inspirée de la norme ISO 178 version 2005 [91].

Éprouvettes

Les éprouvettes de flexion ont une longueur de 40 [mm] et une largeur 25 [mm]. D'un autre côté, leur épaisseur n'a pas été contrôlée de manière précise lors de la production des plaques composites. Elle varie entre 1,43 et 4,22 [mm] selon le nombre de plis de tissus et le matériau utilisé pour concevoir le stratifié. Pour les plaques composites 500 × 500 [mm], des éprouvettes ont été découpées dans les directions longitudinale et transversale. Le tableau 4.4 récapitule les différentes éprouvettes de flexion extraites des plaques composites. Les lettres *FL* ou *FT* représentent respectivement les éprouvettes de flexion découpées dans les directions longitudinale et transversale.

Nom de la plaque	Nombre d'éprouvette
20B12S_0	F1, F2, F3
20B8S_0	F1, F2, F3
20C4G_0	F1, F2, F3
20C8G_0	F1, F2, F3
20C12G_0	F1, F2, F3
RTMC8G_0	FL1, FL2, FL3, FL4, FL5, FL6 FT1, FT2, FT3, FT4, FT5
20L12S_0	F1, F2, F3
20L12S_1	F1, F2, F3
20L12S_2	F1, F2, F3
RTML12S_0	FL1, FL2, FL3, FL4, FL5, FL6 FT1, FT2, FT3, FT4, FT5

TABLE 4.4 – Tableau récapitulatif des différentes éprouvettes de flexion fabriquées par plaques composites

Essais mécaniques

Des mesures de l'épaisseur et de la largeur de l'éprouvette ont été faites en trois endroits différents le long de celle-ci à l'aide respectivement d'un palmeur et d'un

pied à coulisse. La moyenne des trois valeurs mesurées est ensuite calculée.

L'essai de flexion a été effectué avec une machine Zwick de 50 [kN], à une température maintenue à 23°C et une humidité relative constante de 50%. Le montage expérimental est illustré à la figure 4.8.

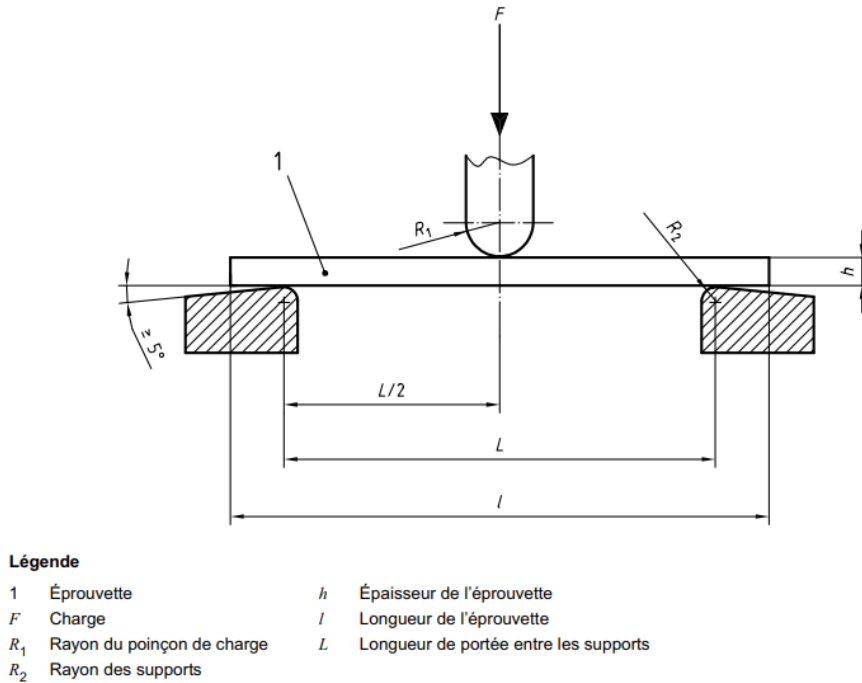


FIGURE 4.8 – Position de l'éprouvette au départ de l'essai de flexion 3 points [91]

La portée L était fixée avec l'équation suivante :

$$L = (16 \pm 1) \cdot h_{moy} \quad (4.4)$$

où h_{moy} est l'épaisseur de l'éprouvette [mm].

Cependant, dans certains cas la longueur de l'éprouvette n'était pas suffisante par rapport à la portée imposée par la formule. Le rapport L/h_{moy} a donc été sous-évalué. D'autre part, le rayon du poinçon R_1 de charge était de 5,0 [mm] et le rayon R_2 des supports était de 2,0 [mm]. L'éprouvette est placée symétriquement sur les deux supports et la force est appliquée au milieu de la portée jusqu'à la rupture. Un alignement parallèle des supports et du poinçon de charge avec la largeur de l'éprouvette doit également être respecté. La force et la flèche sont enregistrées lors de l'essai.

Une précharge de 5 [N] a été appliquée pour éviter la formation d'un pied de courbe au début du graphique Contrainte-Déformation. De plus, les essais sont réalisés avec un déplacement de traverse constant et à une vitesse de déformation de 1 [mm/min]. Les données brutes mesurées comme Force-flèche, sont ensuite converties en Contrainte-Déformation à l'aide des équations 4.5 et 4.6

respectivement.

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2b_{moy}h_{moy}^2} \quad (4.5)$$

$$\epsilon_f = \frac{600sh_{moy}}{L^2} \quad [\%] \quad (4.6)$$

où σ_f est la contrainte en flexion [MPa], L est la portée [mm], F est la charge [N], b_{moy} est la largeur moyenne de l'éprouvette [mm], ϵ_f est la déformation en flexion et s est la flèche [mm].

Le module d'élasticité en flexion est calculé sur une plage de déformation allant de 500 à 2500 [$\mu m/m$] en utilisant l'équation 4.7. Cette plage est adaptée lorsque la courbe Contrainte-Déformation présente un pied de courbe malgré la précharge.

$$E_f = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\epsilon_{f2} - \epsilon_{f1}} \quad (4.7)$$

où σ_{f1} est la contrainte en flexion [MPa], mesurée à la déformation ϵ_{f1} (extrémité basse de la plage de déformation considérée) et σ_{f2} est la contrainte en flexion [MPa], mesurée à la déformation ϵ_{f2} (extrémité haute de la plage de déformation considérée).

Finalement, la résistance ultime du matériau peut être déterminée à partir de la force maximale supportée avant la rupture tandis que la déformation associée correspond à la déformation ultime.

Pour chaque série d'essais, la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation (en pourcentage) sont calculés pour chaque propriété déterminée.

4.2.9 Essai de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS)

Pour déterminer la contrainte apparente de cisaillement par délaminage des différents matériaux composites conçus, des essais ILSS ont été réalisés. Il s'agit de la contrainte maximale de cisaillement obtenue à mi-épaisseur de l'éprouvette au moment de sa première rupture. Ces essais permettent ainsi d'évaluer la qualité de la liaison fibres-résine des plaques composites. La démarche suivie pour les réaliser est inspirée des normes ISO 2377 (mai 1989) [92] et ISO 2563 (mai 1997) [93].

Éprouvettes

La résistance à la séparation interlaminaire sous une force de cisaillement parallèle aux couches du stratifié considéré est obtenue avec une éprouvette de section rectangulaire testée en flexion sur deux appuis. Ces dimensions sont reprises ci-dessous :

- Longueur (l) : 20 [mm];
- Largeur (b) : 10 [mm];
- Épaisseur (h) : variable.

L'épaisseur des éprouvettes est en effet variable puisqu'elle n'a pas été contrôlée de manière précise lors de la production des plaques composites. Elle dépend du nombre de plis de tissus et du matériau utilisé pour les concevoir. L'espace disponible le

permettant, des éprouvettes ont été découpées dans les directions longitudinale et transversale pour les plaques composites 500×500 [mm]. Le tableau 4.5 récapitule les différentes éprouvettes ILSS extraites des plaques composites. Les lettres *IL* ou *IT* représentent respectivement les éprouvettes ILSS découpées dans les directions longitudinale et transversale.

Nom de la plaque	Nombre d'éprouvette
20B12S_0	I1, I2, I3
20B8S_0	I1, I2
20C4G_0	I1, I2
20C8G_0	I1, I2
20C12G_0	I1, I2, I3
RTMC8G_0	IL1, IL2, IL3, IL4 IT1, IT2, IT3
20L12S_0	I1, I2, I3
20L12S_1	I1, I2, I3
20L12S_2	I1, I2, I3
RTML12S_0	IL1, IL2, IL3, IL4, IL5, IL6 IT1, IT2, IT3, IT4, IT5, IT6

TABLE 4.5 – Tableau récapitulatif des différentes éprouvettes ILSS fabriquées par plaques composites

Essais mécaniques

Des mesures de l'épaisseur et de la largeur des éprouvettes ont été effectuées en trois endroits différents le long de celles-ci à l'aide respectivement d'un palmeur et d'un pied à coulisse. La moyenne des trois valeurs mesurées est ensuite calculée.

Les essais ont été réalisés avec une machine Zwick de 50 [kN], à une température maintenue à $23^{\circ}C$ et une humidité relative constante de 50%. Le montage expérimental est semblable à celui-ci utilisé pour les essais de flexion. Cependant, pour les essais de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS), la portée (L) est cette fois-ci réglée avec l'équation suivante :

$$L = (5 \cdot h_{moy}) \pm 0,1 \quad (4.8)$$

où h_{moy} est l'épaisseur moyenne de l'éprouvette.

D'autre part, le rayon du poinçon *R1* de charge était de 5,0 [mm] et le rayon *R2* des supports était de 2,0 [mm]. L'éprouvette est placée symétriquement sur les deux supports et la force est appliquée au milieu de la portée jusqu'à la rupture. Un alignement parallèle des supports et du poinçon de charge avec la largeur de l'éprouvette doit également être respecté. La force et la flèche sont enregistrées lors de l'essai.

Une précharge de 1 [N] et une vitesse de déformation de 1 [mm/min] ont été utilisées. De plus, les essais ont été réalisés avec un déplacement constant de la traverse.

La contrainte apparente de cisaillement a été calculée à l'aide de la formule 4.9 :

$$\tau = \frac{3P_R}{4(b_{moy}h_{moy})} \quad (4.9)$$

où τ est la résistance au cisaillement interlaminaire [MPa], P_R est la force maximale au moment de la première rupture [N], b_{moy} et h_{moy} sont respectivement la largeur et l'épaisseur moyennes de l'éprouvette.

Quand l'éprouvette casse en flexion ou en déformation plastique, la valeur obtenue avec l'expression ci-dessus n'est pas la véritable contrainte de cisaillement à rupture. Dans ce cas, elle ne peut qu'être comparée avec des résultats retirés des éprouvettes venant d'une série portant sur un même matériau.

Pour chaque série d'essais, la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation (en pourcentage) sont calculés pour la résistance apparente au cisaillement interlaminaire.

4.2.10 Essai de cisaillement dans le plan (IPS)

Cet essai permet de déterminer la réponse au cisaillement dans le plan des matériaux composites dont la forme est limitée à un stratifié $\pm 45^\circ$. Les propriétés ainsi obtenues sont :

- Le module d'élasticité sécant de cisaillement dans le plan,
- La contrainte de cisaillement maximale dans le plan, et
- La déformation de cisaillement maximale dans le plan.

La démarche suivie pour les réaliser est inspirée de la norme ASTM D3518 réapprouvée en 2007 [94].

Éprouvettes

La géométrie des éprouvettes doit être conforme à la norme ASTM D3039 utilisée pour les essais de traction uniaxiale [89]. Il s'agit d'éprouvettes de section rectangulaire constante extraites des plaques 500×500 [mm] de manière à ce que les fibres soient orientées à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe long de l'éprouvette. La longueur, la largeur et l'épaisseur sont respectivement de 250 [mm] et 25 [mm] pour une orientation balancée et symétrique des fibres renforçant le matériau composite. L'épaisseur des éprouvettes n'a cependant pas été contrôlée de manière précise lors de la production des plaques composites. Elle varie donc selon le nombre de plis de tissus et le matériau utilisé pour concevoir le stratifié. Les stratifiés utilisés pour cet essai comptent 8 ou 12 plis.

De plus, quatre jauges de déformation axiale à un élément sont montées sur les faces de l'éprouvette en son centre. Sur chacune des faces, deux jauges sont collées, l'une dans la direction longitudinale et l'autre dans la direction transversale. Les jauges orientées dans la même direction sont mises dos à dos. Les tableaux Le tableau 4.6 récapitule les différentes éprouvettes ILSS extraites des plaques composites. Le T45 signifie que les éprouvettes IPS ont été découpées de manière à ce que les fibres soient orientées à $\pm 45^\circ$ par rapport à leur axe long.

Nom de la plaque	Nombre d'éprouvette
RTMC8G_0	T45_1, T45_2, T45_3, T45_4, T45_5, T45_6
RTML12S_0	T45_1, T45_2, T45_3, T45_4, T45_5, T45_6

TABLE 4.6 – Tableau récapitulatif des différentes éprouvettes IPS fabriquées par plaques composites

Essais mécaniques

Avant d'effectuer l'essai de traction uniaxiale, l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette ont été mesurées en trois endroits différents le long de celle-ci dans le but de déterminer leurs valeurs moyennes. La surface moyenne de l'éprouvette a ensuite été calculée à l'aide de ces données.

Les jauges de déformation sont ensuite reliées à l'appareil d'acquisition de données avec des fils conducteurs et l'éprouvette est installée dans une machine hydraulique Zwick Z250 de 250 [kN]. Après coup, un chargement lui est appliqué au travers d'un déplacement constant de la traverse jusqu'à sa rupture. La vitesse de déformation de 2 [mm/min]. La force est enregistrée au cours de l'essai mécanique.

Une précharge de 5 [N] est appliquée pour éviter la formation d'un pied de courbe au début du graphique Contrainte-Déformation. La machine d'essai de compression était située dans une pièce avec une température maintenue à 23°C et une humidité relative constante de 50%.

Les données brutes mesurées sont la force appliquée et les déformations longitudinales et transversales obtenues par les jauges de déformation dos à dos. Elles sont utilisées pour créer une courbe de contrainte de cisaillement dans le plan en fonction de la déformation en cisaillement, à partir des équations 4.10 et 4.11. De plus, les différents repères d'axes sont illustrés à la figure 4.9.

$$\tau_{12i} = \frac{P_i}{2A} \quad (4.10)$$

$$\gamma_{12i} = \epsilon_{xi} - \epsilon_{yi} \quad (4.11)$$

où :

- τ_{12i} est la contrainte de cisaillement au ième point de données, [MPa] ;
- γ_{12i} est la déformation de cisaillement au ième point de données, [$\mu m/m$] ;
- P_i est la charge au ième point de données, [N] ;
- A est la surface moyenne de la section transversale de l'éprouvette, [mm^2] ;
- ϵ_{xi} est la déformation normale longitudinale au ième point de données, [$\mu m/m$].

Elle est obtenue comme la moyenne des mesures des jauges de déformation dans la direction longitudinale ; et

- ϵ_{yi} est la déformation normale latérale au ième point de données, [$\mu m/m$]. Elle est obtenue comme la moyenne des mesures des jauges de déformation dans la direction latérale ;

Ces équations se sont des expressions dérivées de la théorie des plaques stratifiées.

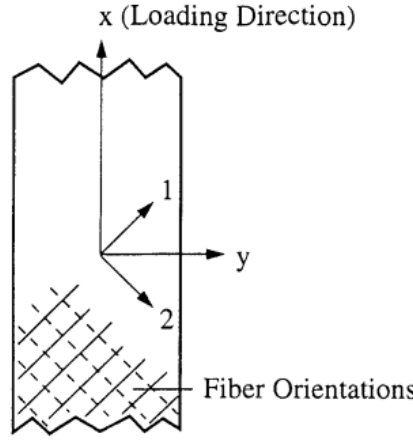


FIGURE 4.9 – Définitions de différents repères d'axes : (1,2) représente le repère local associé aux directions des fibres ($\pm 45^\circ$) tandis que (x,y) est celui de l'éprouvette [94]

Le module d'élasticité sécant en cisaillement est calculé à l'aide de l'équation 4.12. Elle est appliquée sur une plage de déformation en cisaillement de 4000 ± 200 [$\mu m/m$] dont l'extrémité inférieure est comprise entre 1500 et 2500 [$\mu m/m$].

$$G_{12} = \frac{\Delta\tau_{12}}{\Delta\gamma_{12}} \quad (4.12)$$

où G_{12} = module d'élasticité sécant en cisaillement [GPa], $\Delta\tau_{12}$ est la différence de la contrainte de cisaillement appliquée entre les deux points de déformation en cisaillement choisis [MPa] et $\Delta\gamma_{12}$ est la différence entre ces deux points de déformation.

La contrainte de cisaillement maximale et la déformation maximale en cisaillement peuvent être déterminées à partir des équations 4.13 et 4.14 respectivement.

$$\tau_{12}^m = \frac{P^m}{2A} \quad (4.13)$$

$$\gamma_{12}^m = \begin{cases} 5\% \\ \gamma_{12} \text{ à } \tau_{12}^m \end{cases} \quad (4.14)$$

où τ_{12}^m est la contrainte de cisaillement maximale dans le plan [MPa], P^m est la charge maximale à ou en dessous de 5% de déformation en cisaillement [N] et γ_{12}^m est la déformation de cisaillement maximale [$\mu m/m$].

Si la rupture ultime ne se produit pas dans les 5% de déformation en cisaillement, les données considérées sont alors limitées à celles inférieures à 5% de déformation en cisaillement. En effet, pour des déformations plus importantes, un cisaillement extrême des fibres peut se produire entraînant un non-respect de l'hypothèse émise par cette méthode. Une limitation à 5% de déformation en cisaillement permet de restreindre la rotation des fibres à environ $1,5^\circ$. Lorsque les données sont tronquées, le point de déformation en cisaillement de 5% est considéré comme la

contrainte de cisaillement maximale.

Pour chaque série d'essais, la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation (en pourcentage) sont calculés pour chaque propriété déterminée.

4.2.11 Essai de dureté Vickers par micro indentation

Des essais de dureté Vickers par micro indentation ont permis d'obtenir différentes valeurs de dureté pour des morceaux de plaque composite renforcée de tissus sergé 2×2 en basalte. L'intérêt des essais de microdureté réside dans les faibles charges ($< 1 [kg]$) utilisées. En effet, elles permettent de réaliser de petites empreintes dans le matériau et ainsi d'étudier des zones plus réduites [95].

Essais mécaniques

La mesure de dureté Vickers se fait à l'aide d'un indenteur en diamant de forme pyramidale normalisée, illustré à la Figure 4.10. Il est posé sur l'échantillon et une charge provenant d'une masse de $100 [g]$ est appliquée dessus. L'empreinte laissée par l'indenteur permet de calculer la dureté du matériau. Elle présente en général une forme carrée, avec deux diagonales de longueur similaire. Les diagonales du carré sont mesurées par l'analyse d'images et une moyenne des valeurs obtenues est calculée. La dureté Vickers (Hardness Vickers = HV) est déterminée par l'équation :

$$HV = 1854,4 \cdot \frac{L}{d^2} \quad (4.15)$$

où HV = Dureté Vickers, L est la charge appliquée $[g]$ et d est la moyenne des diagonales de l'empreinte $[\mu m]$.

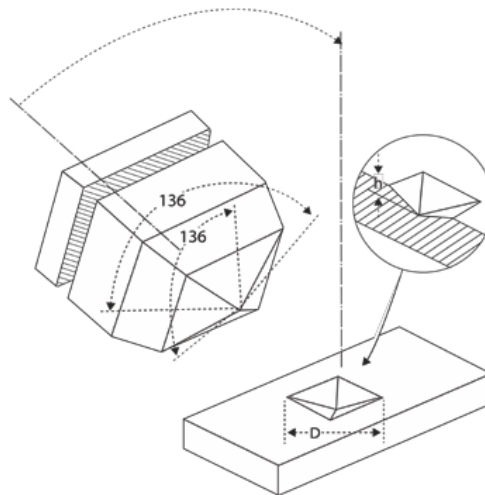


FIGURE 4.10 – Présentation schématique de l'indenteur Vickers et de la forme d'une empreinte [95]

Résultats et discussion

Ce chapitre débute par la caractérisation des fils de lin et de basalte ainsi que des fibres élémentaires et filaments qui les composent. Ces fils tissés servent de renforts aux plaques composites étudiées. Quelques remarques concernant la préparation des éprouvettes composites sont ensuite formulées. Les résultats expérimentaux des nombreux essais mécaniques réalisés sont finalement présentés et discutés en utilisant l'état de l'art et en faisant référence aux articles scientifiques repris dans la littérature.

5.1 Propriétés et comportements en traction des fibres élémentaires et fils

Dans cette section, le comportement et certaines propriétés en traction des fils constituant les tissus en lin et en basalte utilisés comme renforts des composites, sont étudiés. A plus petite échelle, les fibres élémentaires de lin et les filaments de basalte dont sont constitués les fils sont également examinés. Les figures 5.1, 5.2, 5.3 et 5.4 montrent respectivement les courbes Contrainte-Déformation en traction d'un filament et d'un fil de basalte ainsi que celles d'une fibre élémentaire et d'un fil de lin. Une distinction entre chaîne et trame a été faite. Cependant, des difficultés durant l'essai de traction n'ont pas permis de le faire pour chacun des fils et chacune des fibres.

La courbe associée au filament de basalte est linéaire jusqu'à sa rupture soudaine (voir figure 5.1). Cela confirme le comportement fragile de la fibre de basalte déjà annoncé dans l'état de l'art. En comparant nos propriétés obtenues avec celles reprises du Software Granta EduPack 2021 (tableau 2.9), il est possible d'observer que, bien que le module de Young, $95,83 \pm 22,96$ [GPa] soit en bon accord, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture évaluée respectivement à $1343,0 \pm 119,2$ [MPa] et à $1,44 \pm 0,39$ [% strain] semblent être inférieurs. Ceci est probablement dû au fait que les filaments proviennent de fils de trame du tissu sergé 2×2 . En effet, ces fils ont été contraints de passer au-dessus puis en dessous des fils de chaîne lors du tissage, avec comme corollaire, la création de fissures en surface. Celles-ci réduisent les propriétés à la rupture du filament de basalte.

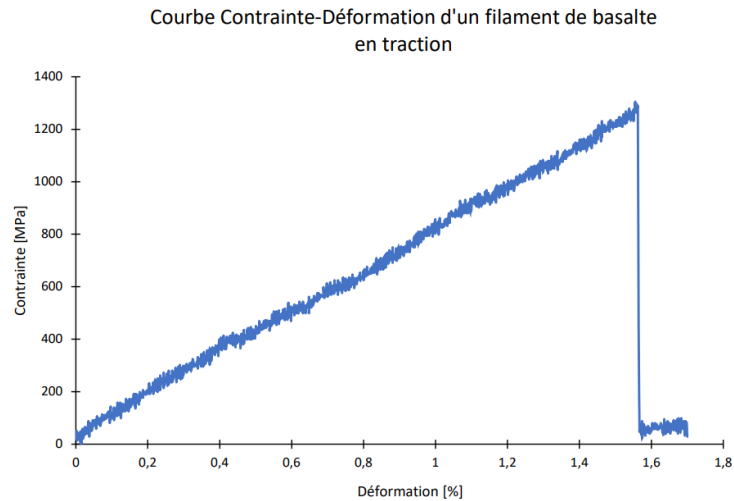


FIGURE 5.1 – Courbe Contrainte-Déformation d'un filament de basalte en traction

En ce qui concerne les fils de basalte, leur comportement est illustré à la figure 5.2. Nous constatons que la relation Contrainte-Déformation est cette fois-ci non-linéaire. En fin d'essai mécanique, la contrainte commence par baisser légèrement, puis le fil rompt soudainement. Cela peut s'expliquer par des observations visuelles. En effet, en fin d'essai mécanique, les filaments commencent à céder les uns après les autres jusqu'au moment où la charge excessive provoque la rupture brutale des filaments restants. En raison de la non-linéarité de la courbe, le module d'élasticité a été évalué au pied de celle-ci. La contrainte maximale atteinte et la déformation associée ont également été calculées. Les valeurs obtenues pour les fils de chaîne sont $26,60 \pm 3,59$ [GPa] pour le module, $699,2 \pm 94,5$ [MPa] pour la contrainte maximale et $4,03 \pm 0,47$ [% strain] pour la déformation associée. D'un autre côté, pour les fils de trame, nous avons $27,07 \pm 1,93$ [GPa] pour le module, $655,0 \pm 56,8$ [MPa] pour la contrainte maximale et $3,75 \pm 0,31$ [% strain] pour la déformation associée. Les fils de chaîne semblent avoir une contrainte maximale et une déformation associée supérieures aux fils de trame. Cela pourrait se justifier de la même manière que pour les filaments de basalte (voir paragraphe ci-dessus).

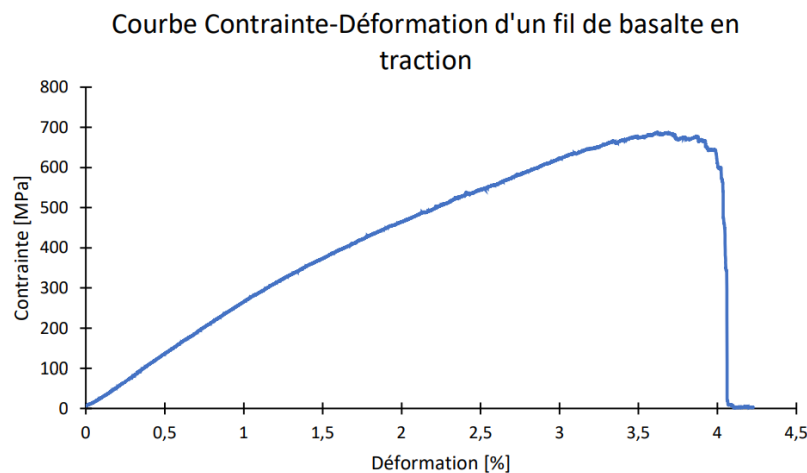


FIGURE 5.2 – Courbe Contrainte-Déformation d'un fil de basalte en traction

Les courbes Contrainte-Déformation des fibres élémentaires de lin sont présentées à la figure 5.3. Nous y remarquons deux parties linéaires séparées par une partie non-linéaire. L'allure de la courbe est conforme à ce qui a été vu dans l'état de l'art pour la fibre de lin. Les différentes parties peuvent donc s'expliquer de la même manière. Les propriétés en traction obtenues pour les fibres élémentaires provenant des fils de chaîne et de trame sont reprises ci-dessous :

- pour la chaîne : le module de Young est de $39,24 \pm 17,42$ [GPa], la résistance à la traction est de $974,2 \pm 339,1$ [MPa] et l'allongement à la rupture est de $2,87 \pm 0,56$ [% strain] ;
- pour la trame : le module de Young est de $34,62 \pm 14,39$ [GPa], la résistance à la traction est de $810,6 \pm 335,3$ [MPa] et l'allongement à la rupture est de $2,62 \pm 0,45$ [% strain] ;

La chaîne présente à nouveau de meilleures propriétés que la trame. Nous remarquons également que les valeurs obtenues sont proches de celles reprises du Software Granta EduPack 2021 et présentées dans le tableau 2.6.

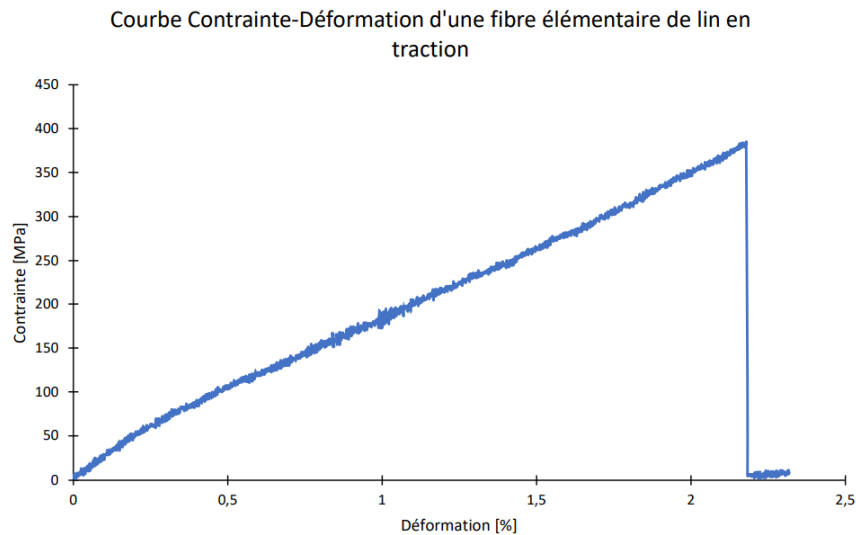


FIGURE 5.3 – Courbe Contrainte-Déformation d'une fibre élémentaire de lin en traction

La figure 5.4 montre le comportement d'un fil torsadé de lin en traction. Les trois parties présentes pour la fibre élémentaire n'y sont pas observées. Les propriétés en traction obtenues pour un fil de trame sont un module de Young de $1,71 \pm 0,45$ [GPa], une résistance à la traction de $41,4 \pm 14,9$ [MPa] et un allongement à la rupture de $2,59 \pm 0,64$ [% strain].

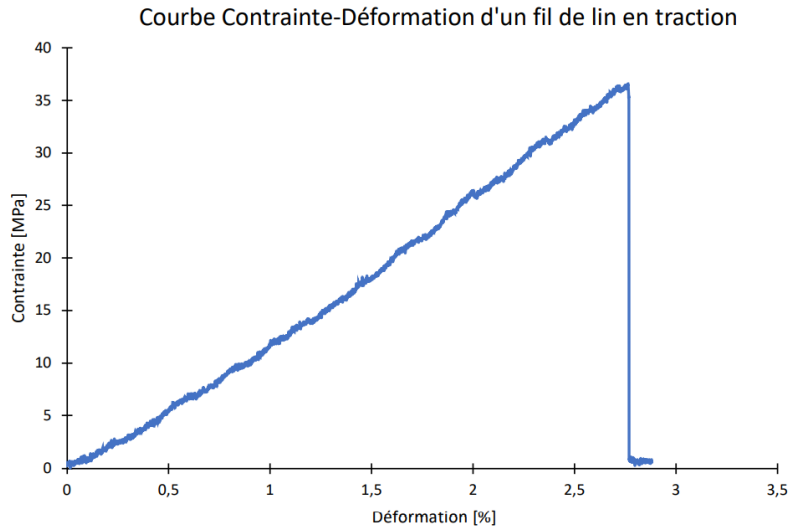


FIGURE 5.4 –

5.2 Remarques sur la préparation des éprouvettes composites

Les plaques obtenues à l'aide de la méthode de fabrication *hand lay-up* présentaient à leur surface, de nombreuses zones où les fibres n'étaient pas bien enduites de résine-durcisseur. Des petites bulles d'air ont également été piégées à l'intérieur des plaques lors de leurs productions, comme le montre l'image SEM de la figure 5.5. En effet, le système résine-durcisseur a été dégazé avant d'être utilisé pour imprégner les tissus avec un pinceau. Des bulles ont donc probablement été piégées dans le stratifié au cours du badigeonnage, ce qui a réduit l'impact positif du dégazage sur les propriétés mécaniques.

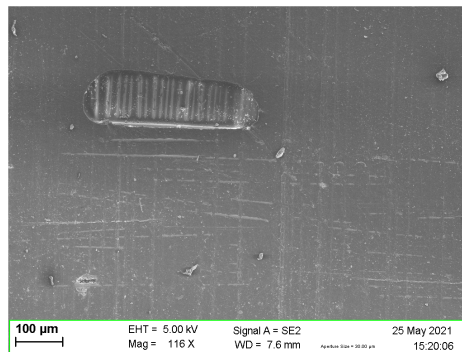


FIGURE 5.5 – Image SEM d'un morceau poli de plaque composite Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0)

De plus, une importante quantité de résine-durcisseur est sortie du moule lors de la mise sous pression du stratifié, rendant impossible le calcul de la fraction volumique de fibres dans le composite sans passer par des tests *a posteriori*. D'un autre côté, le contrôle de l'épaisseur des plaques était difficile, avec des variations pouvant

être parfois importantes sur une même plaque. Cette fluctuation de l'épaisseur est essentiellement remarquée pour les plaques composites pour lesquelles des serre-joints ont été utilisés. La pression exercée par ceux-ci est en effet non-homogène.

Il est intéressant de souligner qu'une variation importante de l'épaisseur a été observée selon la nature du renfort utilisé pour fabriquer le composite. Ainsi, un stratifié de 12 plis avait une épaisseur de 1,65 [mm] pour le basalte, de 3,71 [mm] pour le lin et de 4,12 [mm] pour le carbone. Cela s'explique par le fait que les tissus utilisent des fils de nature et de caractéristiques différentes.

Une différence a également été observée en ce qui concerne l'imprégnation des différentes fibres par le mélange résine-durcisseur. Les fibres de lin ont engendré plus de difficultés que celles de basalte et de carbone. Cependant, l'imprégnation des fibres de lin semblait plus facile après leur séchage.

Les découpes à la fraiseuse et au jet d'eau ont provoqué d'importantes délaminations dans certains éprouvettes et leurs dimensions n'ont pas parfaitement été respectées. La découpe jet d'eau a également occasionné des gonflements sur les bords des éprouvettes en Lin/InfuGreen 810. Finalement, de nombreuses éprouvettes ont été perdues lors de la découpe. En effet, certaines plaques composites étaient trop petites et/ou trop fines ce qui a compliqué leur serrage dans la machine et leur découpe.

5.3 Propriétés et comportements en traction des éprouvettes composites

Dans cette section, seules certaines courbes Contrainte-Déformation représentatives des éprouvettes en Basalte/InfuGreen 810, Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810 sont présentées. Ainsi, les résultats obtenus pour les plaques 20B8S_0, 20C8G_0 et 20L12S_0 sont illustrés respectivement aux figures 5.6, 5.8 et 5.9. Les autres courbes se trouvent en annexe B. Comme le montre ces figures, une bonne reproductibilité des courbes est obtenue avec la méthode de fabrication *hand lay-up* pour les éprouvettes venant d'une même plaque composite. En effet, elles sont presque identiques. Si certaines courbes diffèrent légèrement, comme le montre la figure 6.1 présente à l'annexe B, elles suivent, cependant, la même tendance générale.

En ce qui concerne les composites Basalte/InfuGreen 810 (voir figure 5.6), ils se comportent comme des matériaux fragiles, avec une rupture soudaine et sans déformation plastique préalable.

Ce comportement est conforme à celui rapporté par Karvanis et al. qui utilisent également des éprouvettes Basalte/InfuGreen 810 [96]. Leur étude porte sur la caractérisation d'un polymère renforcé de fibres de basalte, préparé par la méthode de fabrication *hand lay-up*. Il est composé d'un système époxy-durcisseur standard renforcé d'un tissu sergé 2×2 en basalte. Leurs courbes Contrainte-Déformation en traction illustrées à la figure 5.7 présentent une allure semblable à celles obtenues dans le présent travail.

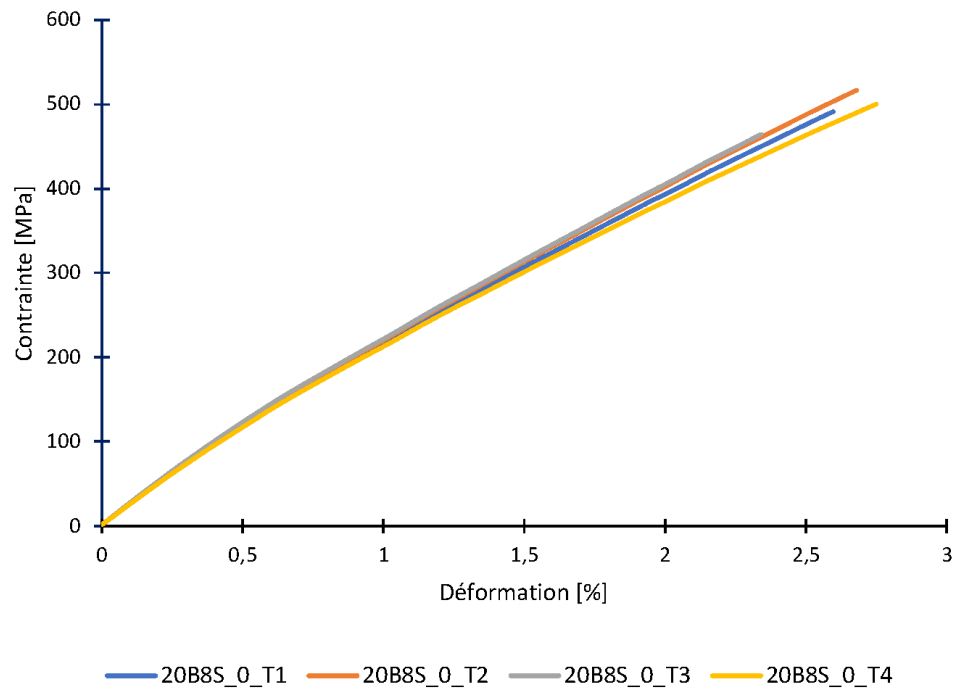


FIGURE 5.6 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Basalte/InfuGreen 810 (20B8S_0)

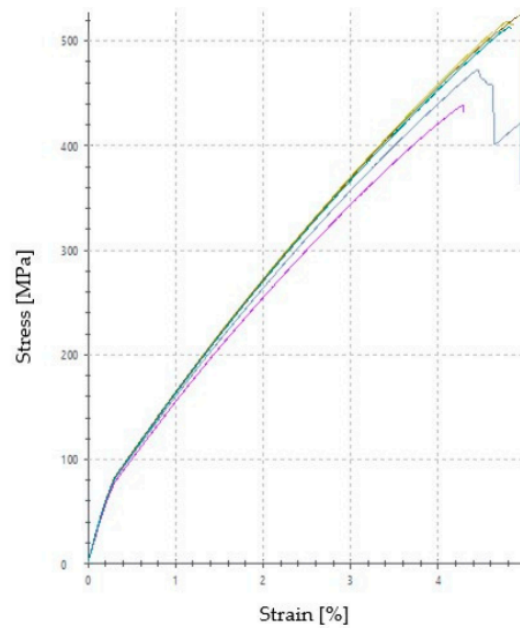


FIGURE 5.7 – Courbes Contrainte-Déformation en traction d'éprouvettes faites d'un polymère renforcé par des fibres de basalte [96]

Pour les courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 (voir figure 5.8), un comportement fragile est également observé. En effet, une relation Contrainte-Déformation linéaire est constatée jusqu'à la rupture. La courbe associée à l'éprouvette 20C8G_T1 n'est pas représentée sur la figure, car elle présentait une délamination trop importante.

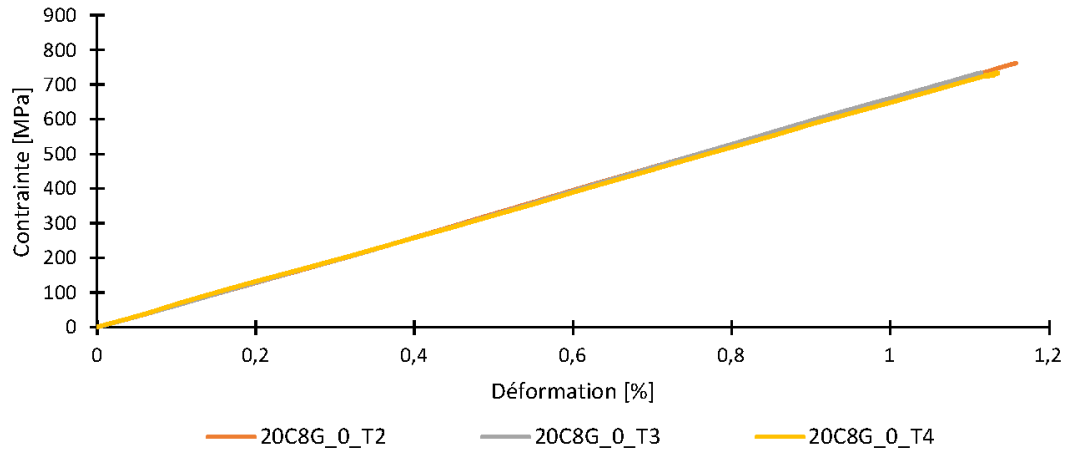


FIGURE 5.8 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Carbone/InfuGreen 810 (20C8G_0)

Les courbes associées aux éprouvettes Lin/InfuGreen 810 (voir 5.9) présentent un comportement non-linéaire. En effet, nous pouvons distinguer deux parties linéaires séparées par une zone non-linéaire. La pente de la courbe montre une décroissance asymptotique et la rupture est nette en traction. Ce comportement est assez éloigné de ceux des composites Basalte/InfuGreen 810 et Carbone/InfuGreen 810 qui sont linéaires jusqu'à la rupture. Il est probablement lié aux observations faites sur la fibre élémentaire de lin, présentées à la section 2.3.4 de l'état de l'art [9].

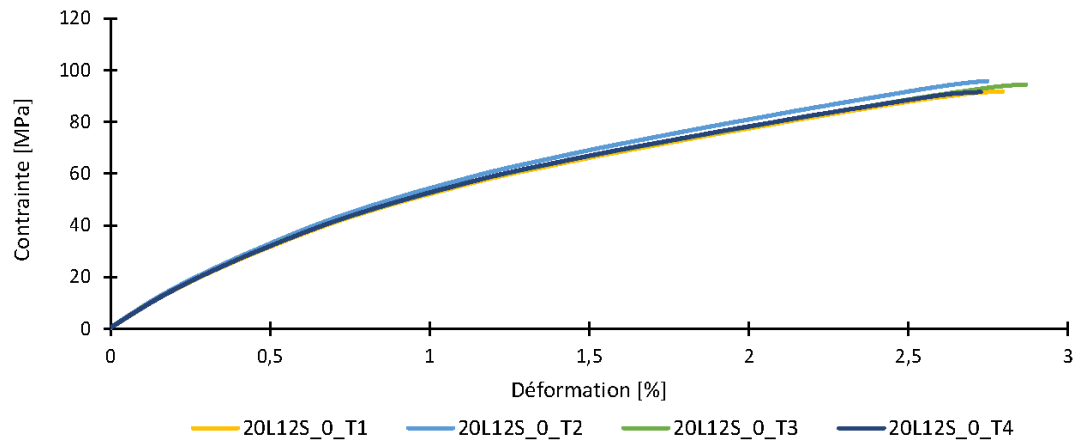


FIGURE 5.9 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0)

Il est intéressant de souligner que lors d'un essai de traction uniaxiale sur un composite renforcé de fibres longues, l'essentiel des efforts mécaniques est repris par ces dernières. Cela explique que les comportements observés pour les composites se rapprochent de ceux énoncés dans l'état de l'art pour les différentes fibres étudiées.

Le module d'élasticité ainsi que la résistance et la déformation ultimes à la traction sont reprises :

- dans le tableau 6.1 pour l'ensemble des éprouvettes en Basalte/InfuGreen 810 ;
- dans le tableau 6.2 pour celles en Carbone/InfuGreen 810 ;
- dans le tableau 6.3 pour celles en Lin/InfuGreen 810 ;

La valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation y sont également indiqués pour chaque propriété étudiée.

La bonne reproductibilité obtenue avec la méthode de fabrication *hand lay-up* pour les éprouvettes venant d'une même plaque composite est confirmée par des coefficients de variation relativement faibles. Ceux les plus élevés sont obtenus pour les propriétés à la rupture des composites Basalte/InfuGreen 810 et Carbone/InfuGreen 810. Cela pourrait s'expliquer par le fait que les fibres reprenant le chargement appliqué sont des matériaux fragiles. En effet, les propriétés à la rupture de ceux-ci sont très sensibles à la présence de défauts. Ils diminuent la résistance de la fibre sans avoir d'impact significatif sur le module d'élasticité. Des fissures ont pu ainsi être créées accidentellement à leur surface lors de leur manipulation. Comme la présence et l'importance de ces défauts sont aléatoires, cela peut provoquer de grands écarts de résistance.

Pour les composites Lin/InfuGreen 810, les propriétés varient très peu d'une plaque à l'autre, malgré une variation au niveau du séchage des fibres et du dégazage de la résine. Le module d'élasticité de $8,97 [GPa]$ obtenu par Rashid et al. pour un système époxy InfuGreen 810 - SD 8822 renforcé des plis de tissu sergé 2×2

en lin est supérieur à la valeur maximale de 7,62 [GPa] trouvée pour la plaque 20L12S_1 [97]. Il faut tout de même faire attention quand une comparaison est faite avec les valeurs obtenues dans la littérature. En effet, de nombreux paramètres peuvent différer entre deux matériaux composites et impacter leurs propriétés mécaniques. Pour le composite de Rashid et al., malgré l'utilisation de la même résine et de la même armure de tissu, de nombreux autres facteurs sont différents du composite conçu dans ce travail tels que le procédé de fabrication, le durcisseur, des paramètres intrinsèques au tissu, le cycle de durcissement du système époxy-durcisseur, etc. Les valeurs trouvées dans la littérature permettent surtout d'avoir un ordre de grandeur. Nous pouvons également ajouter que les modules d'élasticité des composites Lin/InfuGreen 810 ont été mesurés dans la première zone linéaire des courbes Contrainte-Déformation. Cependant, celle-ci est relativement restreinte ce qui a compliqué la prise des mesures et peut être la source d'éventuelles erreurs. Les résultats pour la rigidité sont donc possiblement sous-évalués.

5.4 Propriétés et comportements en compression

Les figures 5.10 et 5.11 montrent respectivement les courbes Contrainte- Déformation en compression des éprouvettes en Basalte/InfuGreen 810 et Carbone/InfuGreen 810. Les autres courbes se trouvent en annexe D. Celles associées au composite Lin/InfuGreen 810 n'ont pas été tracées, car les jauges permettant de mesurer la déformations et d'évaluer le pourcentage de flexion ont saturé avant la rupture de l'éprouvette. En les observant durant l'essai, nous avons pu constater un décollement des jauges de l'éprouvette. Dans ce cas, seul le module d'élasticité a pu être calculé et repris au tableau 6.6 présenté dans l'annexe C. Pour certaines éprouvettes, l'indication *Invalide* est noté. Cela signifie que le pourcentage de flexion était supérieur à 10% dans l'intervalle 1000 - 3000 [$\mu m/m$] utilisé pour calculer le module d'élasticité ce qui invalidait la valeur obtenue. Nos résultats montrent que les modules d'élasticité variaient peu pour les éprouvettes d'une même plaque en utilisant la méthode de fabrication *hand lay-up*.

Les figures 5.10 et 5.11 montrent un comportement linéaire sur une grande partie de la courbe avant d'atteindre une rupture soudaine pour certaines éprouvettes ou par flambement d'Euler pour d'autres. Une même tendance générale est suivie par les éprouvettes venant d'une même plaque. Pour les composites Basalte/InfuGreen 810 et Carbone/InfuGreen 810, les jauges ont saturé après la rupture pour la plupart des éprouvettes.

Concernant les composites Basalte/InfuGreen 810, les propriétés en compression sont indiquées au tableau 6.4 en annexe C. Nous remarquons au travers de celui-ci qu'une grande partie des éprouvettes ont cédé par flambement d'Euler (notation *Invalide*). Cela est probablement dû à la faible épaisseur des éprouvettes, avec une valeur moyenne de 1,28 [mm] et de 1,69 [mm] pour respectivement celles provenant de la plaque 20B8_0 et de la plaque 20B12_0. En effet, les éprouvettes de 12 plis ont moins tendance à rompre par flambement d'Euler comparées à celles de 8 plis.

Pour les éprouvettes composites Carbone/InfuGreen 810, les résultats sont plus

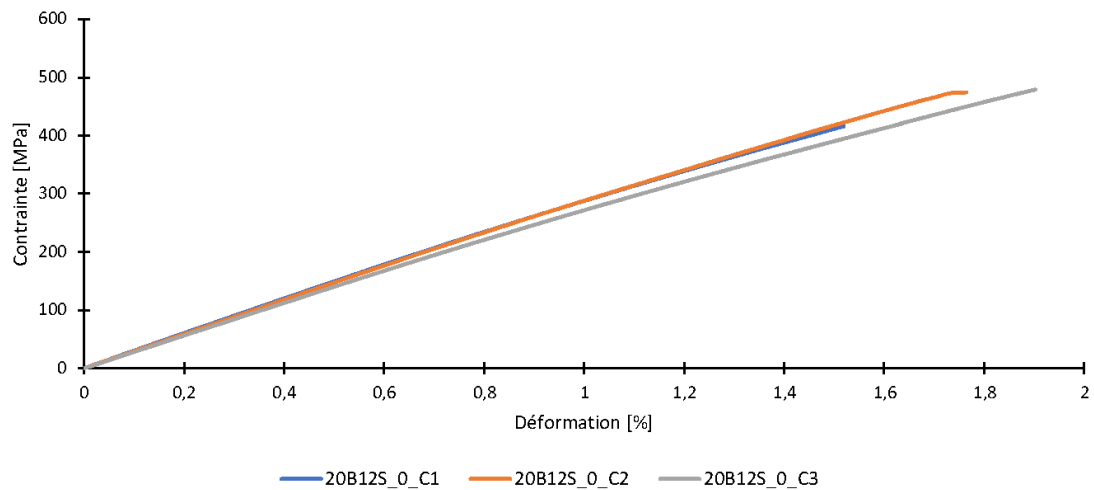


FIGURE 5.10 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de compression Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0)

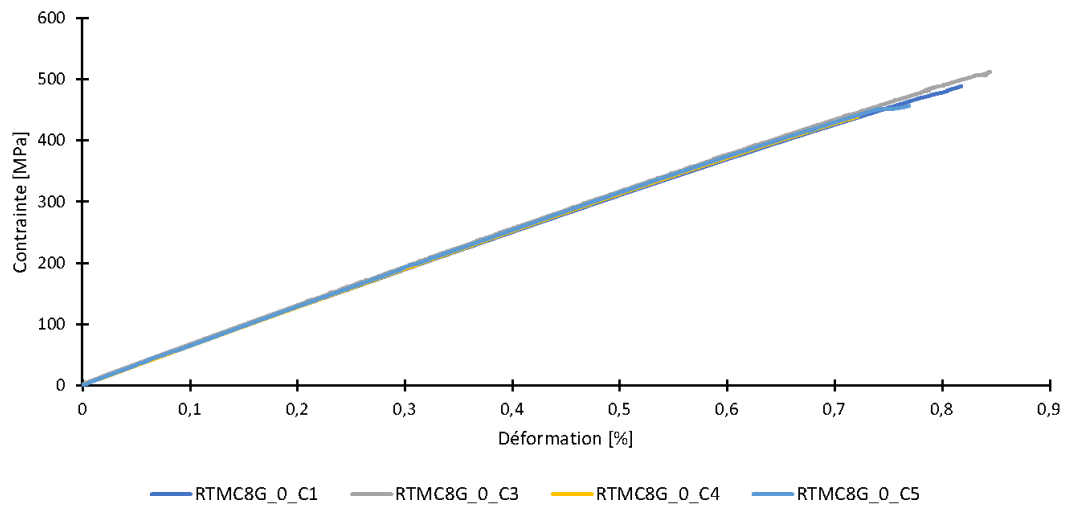


FIGURE 5.11 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de compression Carbone/InfuGreen 810 (RTMC8G_0)

mitigés. Celles provenant de la plaque 20C4G_0 ont toutes cédé par flambement d'Euler, probablement en raison de leurs faibles épaisseurs, en moyenne $1,43 [mm]$. La 20C4G_0_C3 a rapidement présenté un pourcentage de flexion supérieure à 10% après avoir été mis sous chargement. Pour les éprouvettes 20C12G_0_C1, 20C12G_0_C2 et RTMC8G_0_C2, un problème de jauges est apparu dès le début de l'essai, voire quelques temps après. Cela a eu pour conséquence d'empêcher l'évaluation du pourcentage de flexion. Il a donc été décidé de ne pas calculer leurs propriétés en compression. Nous pouvons remarquer que les modules d'élasticité obtenus sont du même ordre de grandeur pour les différentes plaques conçues, à savoir de $59,13 - 64,11 [GPa]$.

Bien qu'un pourcentage de flexion élevé (plus de 40 à 50%) diminue la résistance à la compression mesurée, il a été constaté que cette dernière peut ne pas être impactée par une flexion de 30 à 40% [90]. Les éprouvettes *20B12S_0_C2*, *20C4G_0_C1* et *20C4G_0_C2* sont dans cette situation. Cependant, il a été décidé de ne pas tenir compte de leurs propriétés à la rupture, car la présence de grandes quantités de flexion suggère une certaine irrégularité dans la préparation de l'échantillon.

5.5 Propriétés et comportements en flexion

Dans cette section, seules certaines courbes Contrainte-Déformation en flexion représentatives des éprouvettes en Basalte/InfuGreen 810, Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810 sont présentées. Les résultats obtenus pour la plaque *20B12S_0* ainsi que pour les éprouvettes longitudinales venant de *RTMC8G_0* et de *RTML12S_0* sont illustrés respectivement aux figures 5.12, 5.13 et 5.14. Les autres courbes et les tableaux récapitulant les propriétés en flexion se trouvent respectivement aux annexes F et E. Un pied de courbe est parfois observé malgré la précharge imposée, ce dernier a été pris en considération lors du calcul du module.

Le comportement observé pour les composites Basalte/InfuGreen 810 et Carbone/InfuGreen 810 est linéaire (voir figures 5.12 et 5.13). Une première baisse de contrainte est constatée à des valeurs plus ou moins importantes de déformation selon l'éprouvette testée. C'est cette dernière qui est considérée pour le calcul des propriétés à la rupture. Après cette première chute, l'éprouvette a continué à soutenir la charge. Dans certains cas la contrainte n'a jamais dépassée la charge de pointe précédente, tandis que dans d'autres cas, elle a continué à augmenter jusqu'à atteindre à nouveau une baisse de contrainte et ainsi de suite jusqu'à la rupture finale. La variation de la pente relevées entre certaines courbes dénote une variation du module d'élasticité en flexion. Elle engendre par la même occasion une dispersion de la contrainte à la rupture. Ceci est probablement dû aux défauts d'élaborations des stratifiés (porosité) ainsi qu'à ceux liés à la réalisation des éprouvettes (erreurs dans leur dimensionnement, délamination, etc.) [98].

Il est important d'ajouter que plusieurs éprouvettes de flexion présentaient de fortes délaminations avant d'être testées. Elles sont dues à la découpe mécanique et jet d'eau des éprouvettes. Des gonflements sont également observés sur leurs bords suite à la découpe jet d'eau, principalement pour les éprouvettes Lin/InfuGreen 810. De plus, l'épaisseur des plaques composites était variable avec une longueur de 40 [mm] et une largeur de 25 [mm] imposées à l'ensemble des éprouvettes. Cela signifie que le rapport entre la longueur et la largeur de l'éprouvette imposé par la norme ISO 178 n'a pas été respecté [91]. Or, l'objectif de celle-ci est d'éviter leur rupture en cisaillement. Si cela se produit, les hypothèses de l'essai ne sont pas remplies. En effet, seuls des modes de rupture en traction ou en compression sont recevables. Ils sont liés à l'effet d'une flexion et donc permettent de quantifier la résistance à la flexion [98]. L'ensemble de ces facteurs nous poussent donc à prendre les résultats obtenus avec circonspection.

Le comportement observé à la figure 5.14 est représentative des résultats obtenus

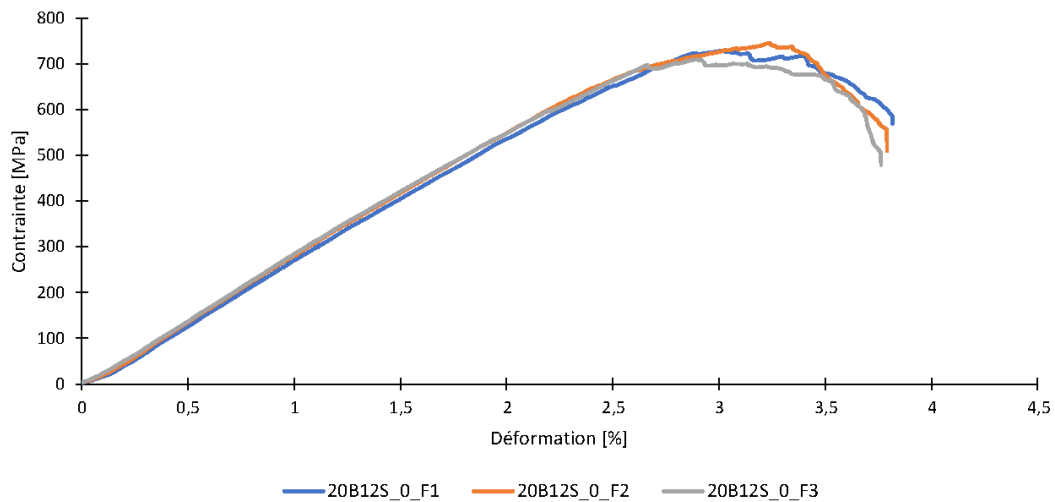


FIGURE 5.12 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0)

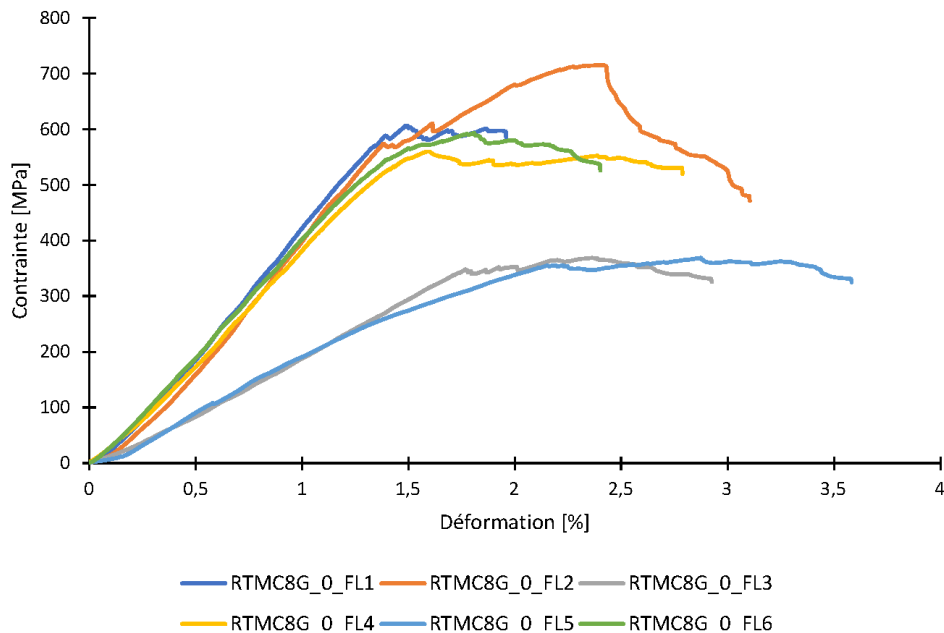


FIGURE 5.13 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Carbone/InfuGreen 810 (RTMC8G_0) ; éprouvettes longitudinales

en flexion 3 points des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 testées. Les résultats obtenus sont plus dispersés qu'en traction. Cela est dû au fait que l'essai de flexion est beaucoup plus sensible aux paramètres d'élaboration des stratifiés. L'allure des courbes Contrainte-Déformations est semblable à celle obtenue par Hanco et al. pour un polymère époxyde renforcé d'un tissu sergé 2×2 lin [99]. Nous y retrouvons une première partie linéaire sur laquelle est calculé le module d'élasticité en flexion suivie d'une partie non-linéaire et finalement une rupture nette de l'éprouvette. La

zone non-linéaire serait due au réarrangement des microfibrilles selon Di Bella et al [100]. Les différentes propriétés en flexion des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 sont résumées dans le tableau 6.9 présent dans l'annexe E. Les valeurs obtenues pour deux des trois propriétés calculées sont comprises dans les intervalles trouvés par Hanco et al. [99], à savoir $5,2 - 9,2$ [GPa] pour le module de flexion, $92 - 154$ [MPa] pour la contrainte à la rupture. Ces similitudes sont observées malgré l'existence de plusieurs différences entre le composite étudié dans la littérature et celui étudié dans ce travail, notamment au travers de la méthode de fabrication. La déformation à la rupture est quant à elle plus importante pour les composites étudiés dans le cadre de ce travail, avec $3,04 - 5,11$ [% strain] par rapport à $2,6 - 3,8$ [% strain] pour Hanco et al. [99]. De plus, cette dernière est sensiblement supérieure à celle obtenue en traction.

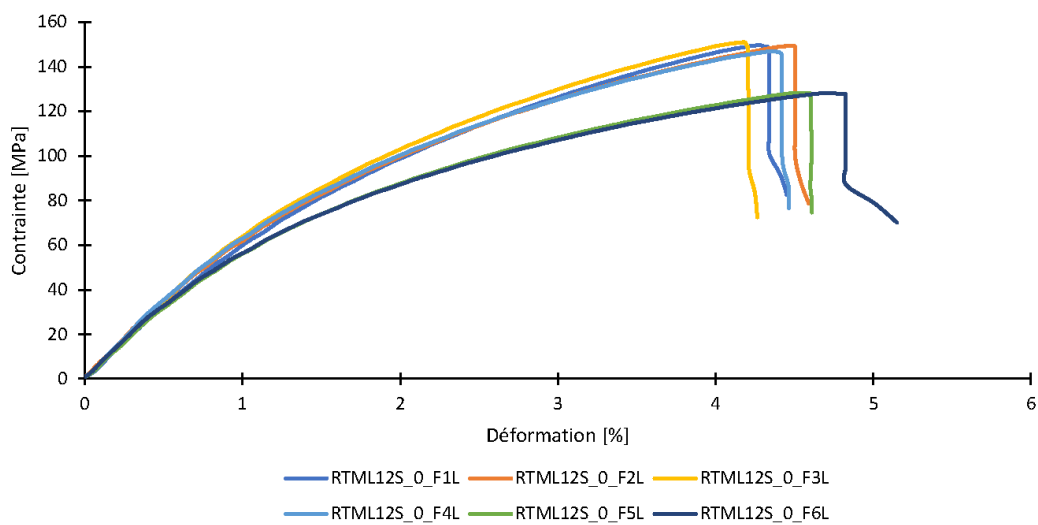


FIGURE 5.14 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Lin/InfuGreen 810 (*RTML12S_0*) ; éprouvettes longitudinales

Nous pouvons également remarquer qu'aucune différence significative n'a été observée pour les éprouvettes découpées dans les directions longitudinale et transversale des plaques *RTMC8G_0* et *RTML12S_0*.

5.6 Caractérisation de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent

Dans cette section, seules certaines courbes Force-Temps représentatives des éprouvettes en Basalte/InfuGreen 810, Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810 sont présentées. Ainsi, les résultats obtenus pour la plaque *20B12S_0* ainsi que pour les éprouvettes longitudinales venant de *RTMC8G_0* et transversales venant de *RTML12S_0* sont illustrés respectivement aux figures 5.15, 5.16 et 5.17. Les autres courbes se trouvent dans l'annexe H.

Pour mesurer la résistance au cisaillement interlaminaire, la méthode d'essai de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS) a été utilisée. Elle a pour but de provoquer une rupture par délamination lorsque la charge de cisaillement transversale subie par le composite stratifié dépasse cette même résistance. Elle consiste en la flexion trois points d'une éprouvette ayant des dimensions spécifiques. Cette méthode présente l'avantage d'être facile à mettre en oeuvre. Son principal inconvénient est que tous les échantillons ne se rompent pas en cisaillement transversal [101]. En effet, certains éprouvettes rompent par écrasement sous le poinçon de mise en charge ou par flexion, ou encore par une combinaison de ceux-ci avec un cisaillement transversal. Dans ce cas, la défaillance est de type mixte et ne correspond pas nécessairement à la résistance au cisaillement interlaminaire [102] [103].

Dans la présente travail, les essais se sont davantage complexifiés par le fait que les composites conçus étaient renforcés par des textiles. Cela entraîne une ondulation des régions interlaminaires qui peut être responsable de nombreux modes de défaillance différents avant que la défaillance par cisaillement interlaminaire ne se produise [101]. Les figures 5.15, 5.16 et 5.17 montrent un certain nombre de courbes expérimentales Force-Temps. Nous pouvons retrouver plusieurs comportements distincts tel que :

1. la courbe s'élève progressivement puis descend soudainement, montrant une charge de rupture distincte ;
2. la courbe s'élève, s'aplatit pendant un certain temps puis s'élève à nouveau légèrement pour finalement baisser.
3. la courbe s'élève progressivement puis descend une première fois, puis s'élève à nouveau pour diminuer ensuite et ainsi de suite, ne montrant pas une charge de rupture distincte ;

Pour le composite Basalte/InfuGreen 810, le deuxième comportement est observé pour l'éprouvette *20B12S_0_I2*. Pour les autres, l'essai a été arrêté avant de pouvoir observer le comportement final de leur courbe Force-Temps. Nous pouvons cependant supposer qu'ils se rapprochent de celui de *20B12S_0_I2*. Les éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 se rapprochent en général des comportements 2 et 3, tandis qu'une grande partie des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 ont plutôt le premier comportement.

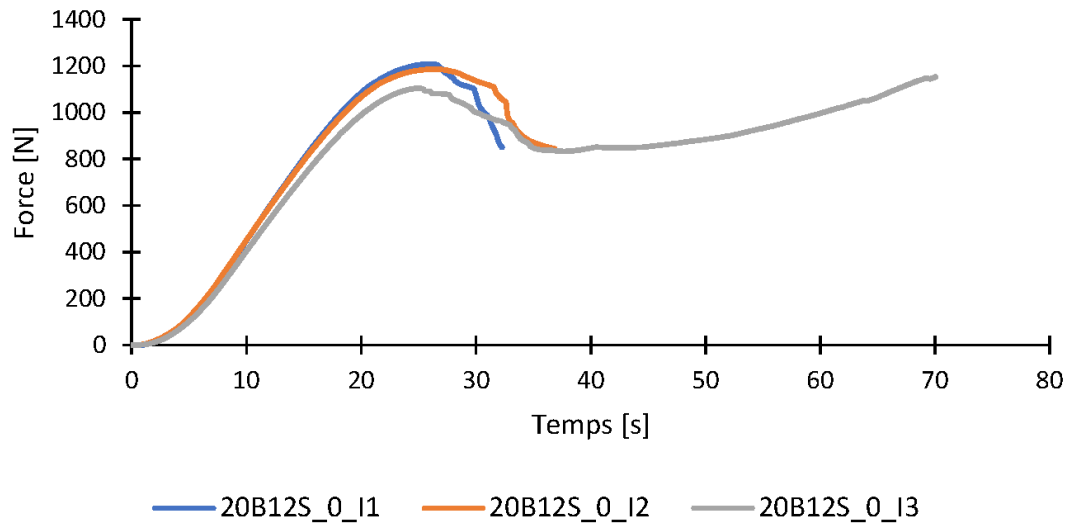


FIGURE 5.15 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0)

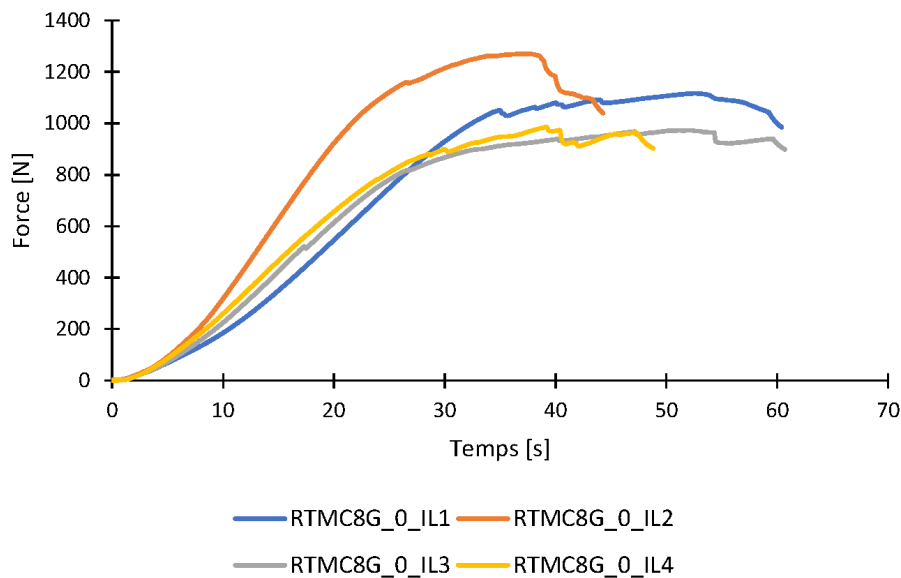


FIGURE 5.16 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Carbone/InfuGreen 810 (RTMC8G_0) ; éprouvettes longitudinales

Lorsque la force chute de 30% ou plus immédiatement après avoir atteint le pic de charge, nous pouvons supposer que l'éprouvette s'est rompue en cisaillement laminaire. Cette charge est alors utilisée pour déterminer la résistance apparente au cisaillement interlaminaire [101]. Pour les autres courbes, nous avons supposé que la défaillance ultime est due à une combinaison de différents modes de rupture dans l'éprouvette testée [102] [101]. Il aurait été intéressant de confirmer cette hypothèse en observant les éprouvettes cassées à l'aide d'images SEM pour analyser leurs modes de rupture.

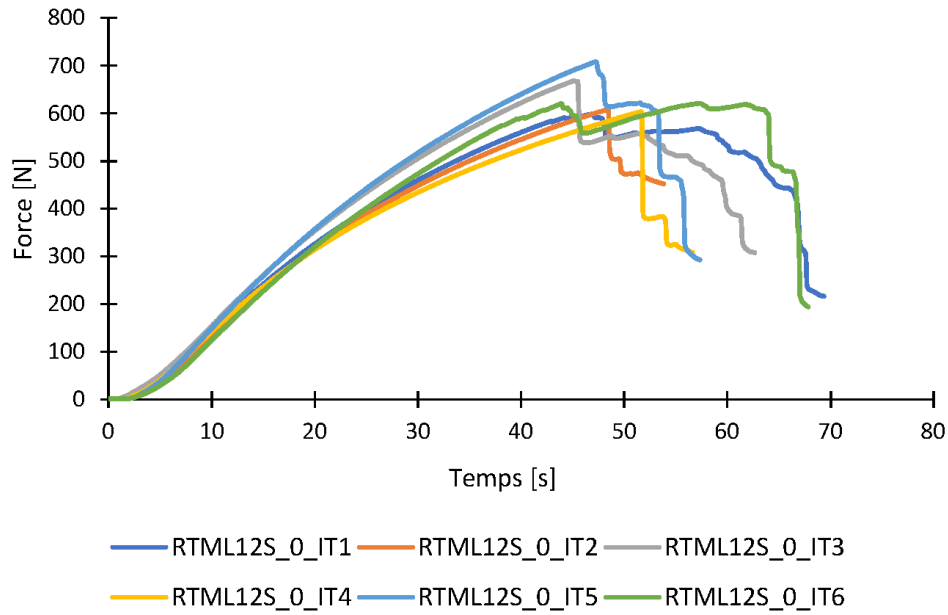


FIGURE 5.17 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Lin/InfuGreen 810 (*RTML12S_0*); éprouvettes transversales

Ce type de défaillance combinée a été observé dans une grande parties des éprouvettes, ce qui a entraîné un coefficient de variation important pour les résistances au cisaillement interlaminaire apparent des éprouvettes provenant d’une même plaque. Cela est indiqué dans les tableaux 6.10, 6.11 et 6.12 repris dans l’annexe G. Ils sont respectivement associé aux composites Basalte/InfuGreen 810, Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810.

Il est important de noter qu’une forte délamination de plusieurs éprouvettes non-testées a été observée. Comme pour les éprouvettes de flexion, elle est due à la découpe mécanique et jet d’eau; cette dernière étant également responsable de gonflements sur les bords, principalement pour les éprouvettes Lin/InfuGreen 810. L’épaisseur des plaques composites était variable. D’un autre côté, une longueur de 20 [mm] et une largeur de 10 [mm] étaient fixées pour l’ensemble des éprouvettes. Les normes ISO 2377 [92] et ISO 2563 [93] ne pouvaient ainsi être respectés, les épaisseurs des éprouvettes variant de 1,26 à 4,26 [mm] alors qu’elles devaient être de $3 \pm 0,2$ [mm] pour les dimensions fixées. Cela a pu, entre autres, provoquer des contraintes de compression excessives sous le poinçon de mise en charge lorsque l’épaisseur était supérieur à 3 [mm]. L’ensemble des ces facteurs nous poussent à prendre les résultats obtenus avec précaution.

La résistance au cisaillement interlaminaire obtenue pour les composites Lin/InfuGreen 810 est relativement semblable à celle trouvée par Rashid et al. qui était de 11,98 [MPa] pour un système époxy InfuGreen 810 - SD 8822 renforcé des plis de tissu sergé 2×2 en lin [97]. Comme indiqué précédemment, cette valeur permet seulement d’avoir un aperçu de ce qui peut être obtenu pour un composite

Lin/InfuGreen 810. En effet, de nombreux facteurs, autres que la résine et la matériau utilisé comme renfort impactent la qualité de l'interface fibre-matrice d'un composite. Or le composite de Rashid et al. diffère de celui conçu dans le cadre de ce mémoire, notamment par sa méthode de fabrication.

Les éprouvettes découpées dans les directions longitudinale et transversale des plaques *RTMC8G_0* et *RTML12S_0* ne présentent pas de différence significative en terme de résistance au cisaillement interlaminaire.

5.7 Propriétés et comportements en cisaillement plan

Les figures 5.18 et 5.19 montrent les courbes Contrainte de cisaillement-Déformation en cisaillement obtenues respectivement pour les plaques composites Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810. Nous observons une bonne reproductibilité des courbes avec notre méthode de fabrication *hand lay-up*. Elles montrent une réponse ductile de la part des deux composites. Celle-ci est due à la réorientation des plis. En effet, un alignement progressif des fibres avec l'axe de chargement a été observé au cours de l'essai mécanique. Nous remarquons également que la réponse ductile arrive à une déformation en cisaillement plus importante pour le composite Carbone/InfuGreen 810 par rapport au composite Lin/InfuGreen 810. Le tableau 6.13 présent à l'annexe I reprend les modules d'élasticité sécants en cisaillement obtenus pour les différentes éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810 testées.

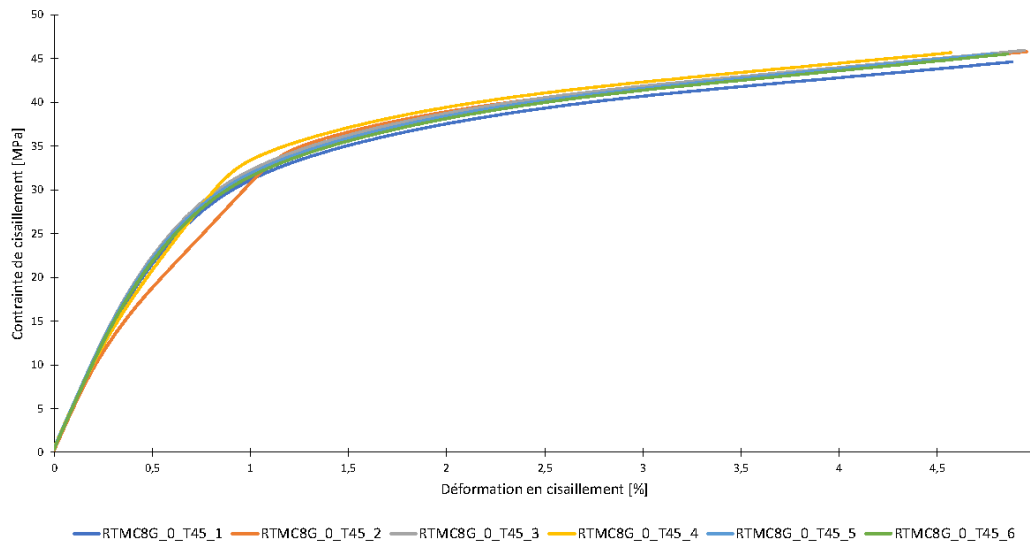


FIGURE 5.18 – Courbe de Contrainte de cisaillement-Déformation en cisaillement des éprouvettes IPS de Carbone/InfuGreen 810 (*RTMC8G_0*)

La déformation en cisaillement a été mesurée à l'aide des déformations longitudinales et transversales mesurées par les jauges de déformation dos à dos.

Cependant, celles-ci ont systématiquement saturé avant d'atteindre la rupture de l'éprouvette et les 5% de déformation en cisaillement. Par conséquent, les propriétés à la rupture n'ont pas pu être calculées. La résistance et l'allongement au moment de la saturation des jauges qui sont tout de même reprises dans le tableau 6.13. Ces données expérimentales donnent une idée approximative des valeurs de résistance et d'allongement à la rupture. Cela est particulièrement vrai pour le composite Carbone/InfuGreen 810, car la moyenne de la déformation de cisaillement au moment de la saturation des jauges est de 4,83%. Cette valeur est très proche des 5% de déformation de cisaillement requis pour obtenir la contrainte et la déformation de cisaillement maximales dans le plan. Cela est moins évident avec le composite Lin/InfuGreen 810 pour lequel la moyenne de la déformation de cisaillement au moment de la saturation des jauges est de 4,12%, même si une tendance de la courbe à "s'aplatir" est constatée.

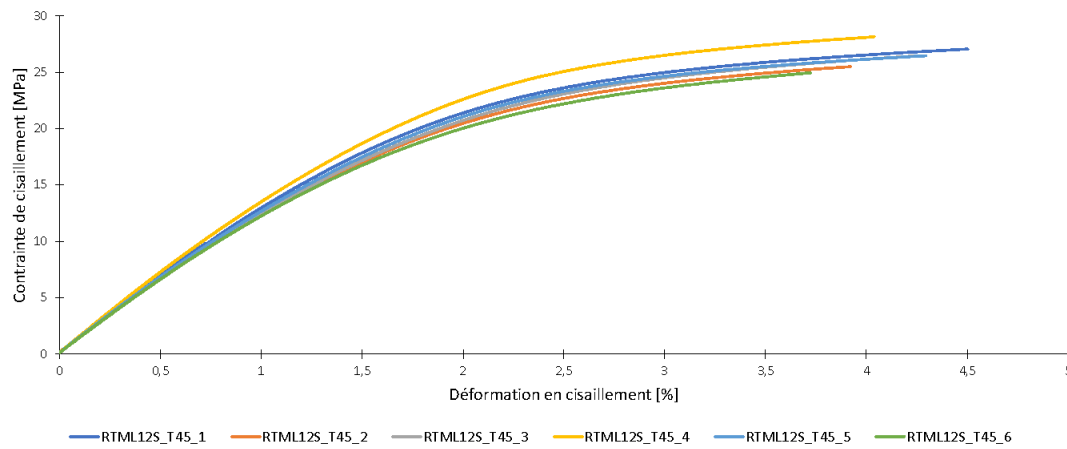


FIGURE 5.19 – Courbe de Contrainte de cisaillement-Déformation en cisaillement des éprouvettes IPS de Lin/InfuGreen 810 (*RTML12S_0*)

Mahboob et al. donne une valeur pour le module et la résistance obtenus pour un système époxy-durcisseur renforcé d'un tissu UD en lin. Ce dernier est fabriqué par un drapage manuel suivi d'une procédure de moulage par compression sur plateau chauffant [104]. Les éprouvettes testées provenaient d'un stratifié $[\pm 45]_{4s}$. Sa résistance et son module sont respectivement de 34 [MPa] et 2,1 [GPa]. Ces valeurs donnent un aperçu des propriétés obtenues pour un composite se rapprochant de celui étudié dans le cadre de ce travail. Elles sont supérieures à celles trouvées pour les éprouvettes venant de la plaque *RTML12S_0*, même si l'ordre de grandeur reste similaire.

5.8 Dureté Vickers par micro-indentation

Des essais de dureté Vickers par micro-indentation ont été réalisés sur des morceaux d'une plaque composite renforcée de tissus sergé 2×2 en basalte. Pour évaluer la dureté en différents endroits de l'échantillon, de nombreuses empreintes ont été faites. Malheureusement, celles-ci n'étaient généralement pas de forme carrée et rarement distinguables, comme le montre les figures 5.20.a et b. Les longueurs

des diagonales mesurées par l'analyse d'images n'étaient donc pas correctes ce qui se répercutaient directement sur le calcul de la dureté. C'est pour cette raison que seules trois duretés ont été retenues. Elles sont indiquées dans le tableau 5.1. Les figures 6.31.a, b et c présentent à l'annexe J montrent les empreintes associées aux duretés retenues.

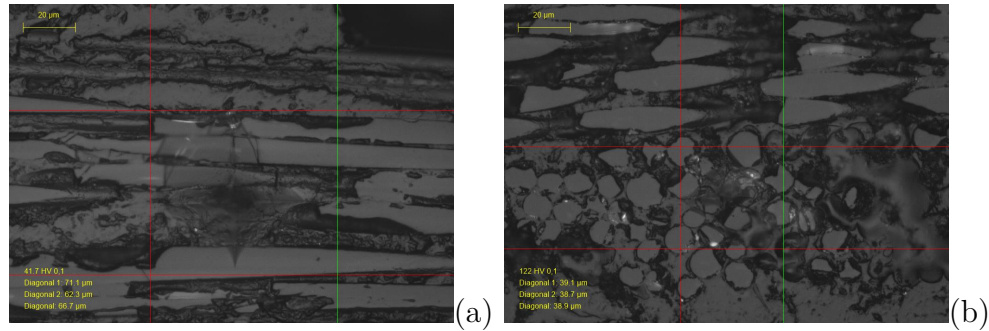


FIGURE 5.20 – Photos d'empreintes de mauvaise qualité laissées par l'indenteur lors des essais de microdureté Vickers

N°	d_{moy} [μm]	Dureté Vickers [HV]	Référence
A	71.7	36.1	figure 6.31.a
B	35.3	140	figure 6.31.b
C	73,5	34,3	figuer 6.31.c

TABLE 5.1 – Tableau récapitulatif reprenant les diamètres moyens des empreintes carrées laissées par l'indenteur d_{moy} , les dureté Vickers mesurées et les références aux figures présentent à l'annexe J montrant les empreintes associées aux duretés ; les morceaux prélevés proviennent de la plaque 20B12S_0

La valeur de dureté pour l'empreinte C est légèrement sous évaluée. En l'observant, nous pouvons nous rendre compte que la longueur d'une des diagonales est surestimée. Après avoir effectuer à nouveau la mesure à l'aide d'une photocopie de la photo de l'empreinte, la dureté devrait être de l'ordre de 36 [HV].

Les empreintes A et C ont été faites dans des zones riches en résine, tandis que l'empreinte B se trouvait dans une zone riche en fibres de basalte. Les valeurs de dureté Vickers pour les fibres de basalte et les époxydes sont respectivement de 400 – 1370 [HV] et 11 – 22 [HV]. Elles sont prises du Software GRANTA EduPack 2021. En comparant, la dureté du polymère époxyde à celle mesurée dans les zones riches en résine, nous remarquons que cette dernière est supérieure. A contrario, la valeur obtenue dans la zone riche en fibres est nettement inférieure à la dureté du basalte.

Conclusion et perspectives

Dans le cadre du développement des matériaux composites à faible empreinte carbone, l'objectif de ce travail était de concevoir et caractériser des plaques composites en résines époxy biosourcées InfuGreen 810 renforcées de fibres de lin, basalte ou carbone. Il représente un premier travail d'investigation de ces nouveaux composites partiellement biosourcés à l'UCLouvain .

Les plaques composites ont été conçues par la méthode de fabrication *hand lay-up*. Il s'agissait de stratifiés composés de 4, 8 et 12 plis. Les textiles leur servant de renforts étaient des tissus sergé 2 × 2 en lin ou en basalte ou encore un tissu satin 5 en carbone. Des éprouvettes ont été extraites de ces plaques par découpe jet d'eau et à l'aide d'une fraiseuse. Plusieurs d'entre-elles ont présenté des endommagements suite à ces coupes, notamment de fortes délaminations et des gonflements sur leurs bords. Expérimentalement, les objectifs étaient de déterminer certaines propriétés mécaniques des composites Basalte/InfuGreen 810, Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810, au travers de plusieurs essais repris ci-dessous :

- Essai de traction uniaxiale ;
- Essai de compression avec chargement combiné ;
- Essai de flexion 3 points ;
- Essai de résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS) ;
- Essai de cisaillement dans le plan ;
- Essai de dureté Vickers par micro indentation.

Des fils de lin et de basalte ainsi que des fibres élémentaires et filaments qui les composent ont également été caractérisés grâce à des essais de traction. De nombreuses courbes Contraintes-Déformations ont ainsi été tracées dans le but de comprendre le comportement des éprouvettes composites sous différents types de chargement. Nous avons observé que les composites présentaient des courbes en traction ayant des similitudes avec fibres élémentaires leur servant de renfort.

Une assez bonne reproductibilité des courbes et des propriétés mécaniques en traction, compression et cisaillement dans le plan, est obtenue avec la méthode de fabrication *hand lay-up* pour les éprouvettes venant d'une même plaque composite. De nombreux modes de rupture différents semble être observés en flexion 3 points et ILSS. Cela est probablement due aux défauts d'élaboration des stratifiés ainsi

qu'aux difficultés à réaliser des éprouvettes. D'autres problèmes ont également été rencontrés lors des essais de compression, notamment la saturation précoce des jauges due au décollement des éprouvettes pour les composites Lin/InfuGreen 810 ainsi que des ruptures fréquentes par flambement d'Euler. Les images obtenues par microscopie électronique à balayage ont été utilisées pour appuyer certaines hypothèses et justifications, notamment la présence de porosités dans le stratifié. Plusieurs facteurs, comme le séchage des fibres de lin et le dégazage de la résine, ont également été étudiés pour comprendre leurs impacts sur ces mêmes propriétés. Aucune différence significative n'a cependant été constatée. En ce qui concerne les essais de dureté par micro-indentation, des complications ont été rencontrées pour obtenir des empreintes claires en raison de la grande différence de dureté existante entre les régions riches en fibres de basalte et celles riches en époxy biosourcée.

Les travaux menés dans ce mémoire de Master peuvent être poursuivis dans différentes directions. Tout d'abord, de nouvelles méthodes de fabrication peuvent être expérimentées afin d'obtenir des plaques composites présentant moins de défauts comme des zones non-enduites du mélange résine-durcisseur ou des bulles piégées dans le stratifié. Des méthodes comme le moulage par transfert de résine (Resin transfer molding (RTM)) ou encore le moulage par infusion sous vide pourraient être des solutions. La méthode *hand lay-up*, utilisée dans ce travail, est adéquate pour les essais mécaniques, tels que des essais de traction, qui sont peu sensibles aux paramètres d'élaboration des stratifiés. La découpe des éprouvettes peut également être améliorée pour éviter de les détériorer et leur donner des dimensions répondant aux normes ISO et ASTM. Dans ce travail, les éprouvettes de plus petites tailles Lin/InfuGreen 810 ont gonflé à cause de la découpe jet d'eau et au caractère hydrophile du lin. D'autres systèmes de coupes devraient être utilisés pour éviter ce gonflement.

Pour certains essais mécaniques, différents modes de rupture ont été supposés. Ils pourraient être étudiés par l'observation des éprouvettes a posteriori. La détermination de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent pourrait se faire avec un essai de cisaillement par compression (CST) qui permet de créer une charge de cisaillement directe le long de l'interface du stratifié et forcer l'échantillon à se briser en cisaillement pur. Concevoir et caractériser des composites UD permettrait de faciliter la comparaison entre la nature des différents renforts. Finalement, passer par des simulations numériques isolerait mieux l'effet entraîné par une modification de la nature ou des caractéristiques d'un des composants du matériau composite. Elles permettraient de se détacher, dans un premier temps, des nombreuses contraintes liées à l'approche expérimentale.

Annexe A

Propriétés en traction : Basalte/InfuGreen 810

Éprouvette	E_t [GPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r [% strain]
10B4S_0_T1	20,54	275,1	1,50
10B4S_0_T2	19,52	331,8	2,18
Valeur moyenne	20,03	303,5	1,84
Écart type standard	0,72	40,1	0,48
Coefficient de variation [%]	3,6	13,1	26,1
20B12S_0_T1	30,13	644,6	2,86
20B12S_0_T2	29,73	588,7	2,49
20B12S_0_T3	29,43	629,7	2,80
Valeur moyenne	29,76	621,0	2,72
Écart type standard	0,35	28,9	0,20
Coefficient de variation [%]	1,2	4,7	7,2
20B8S_0_T1	24,15	491,2	2,60
20B8S_0_T2	24,66	516,8	2,68
20B8S_0_T3	24,85	464,1	2,34
20B8S_0_T4	23,75	500,0	2,75
Valeur moyenne	24,35	493,0	2,59
Écart type standard	0,50	22,0	0,18
Coefficient de variation [%]	2,0	4,5	6,9

TABLE 6.1 – Tableau récapitulatif des propriétés en traction des éprouvettes Basalte/InfuGreen 810 (10B4S_0, 20B12S_0 et 20B8S_0), où E_t est le module d'élasticité sécant, σ_r est la résistance ultime à la traction et ϵ_r est la déformation ultime à la traction

Propriétés en traction : Carbone/InfuGreen 810

Éprouvette	E [GPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r [% strain]
20C4G_0_T1	64,66	804,7	1,22
20C4G_0_T2	69,08	712,8	1,07
20C4G_0_T3	72,53	845,8	1,25
20C4G_0_T4	64,68	795,7	1,24
Valeur moyenne	67,74	789,8	1,18
Écart type standard	3,81	55,7	0,09
Coefficient de variation [%]	5,6	7,0	7,3
20C8G_0_T1	<i>Invalide</i>		
20C8G_0_T2	64,52	762,0	1,16
20C8G_0_T3	65,00	733,8	1,11
20C8G_0_T4	63,49	734,5	1,13
Valeur moyenne	64,34	743,5	1,14
Écart type standard	0,77	16,0	0,02
Coefficient de variation [%]	1,2	2,2	1,9
20C12G_0_T1	65,86	728,8	1,08
20C12G_0_T2	63,98	779,1	1,14
20C12G_0_T3	67,50	797,7	1,18
20C12G_0_T4	67,95	776,5	1,14
Valeur moyenne	66,32	770,5	1,14
Écart type standard	1,80	29,4	0,04
Coefficient de variation [%]	2,7	3,8	3,6
RTMC8G_0_T1	64,57	814,9	1,22
RTMC8G_0_T2	67,65	969,1	1,40
RTMC8G_0_T3	67,12	1027,0	1,48
RTMC8G_0_T4	66,59	1050,3	1,54
RTMC8G_0_T5	66,76	1008,2	1,47
RTMC8G_0_T6	66,35	975,3	1,42
Valeur moyenne	66,51	974,3	1,42
Écart type standard	1,05	83,8	0,11
Coefficient de variation [%]	1,6	8,6	7,9

TABLE 6.2 – Tableau récapitulatif des propriétés en traction des éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0, 20C8G_0, 20C12G_0 et RTMC8G_0), où E_t est le module d'élasticité sécant, σ_r est la résistance ultime à la traction et ϵ_r est la déformation ultime à la traction

Propriétés en traction : Lin/InfuGreen 810

Éprouvette	E_t [GPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r [% strain]
20L12S_0_T1	6,49	91,9	2,79
20L12S_0_T2	6,68	95,8	2,75
20L12S_0_T3	6,53	94,5	2,87
20L12S_0_T4	6,56	91,6	2,73
Valeur moyenne	6,57	93,5	2,78
Écart type standard	0,08	2,0	0,06
Coefficient de variation [%]	1,3	2,2	2,2
20L12S_1_T1	7,62	109,5	2,27
20L12S_1_T2	7,44	109,1	2,35
20L12S_1_T3	7,49	107,5	2,30
20L12S_1_T4	7,48	108,6	2,33
Valeur moyenne	7,51	108,6	2,32
Écart type standard	0,08	0,87	0,03
Coefficient de variation [%]	1,0	0,8	1,5
20L12S_2_T1	7,39	100,5	2,18
20L12S_2_T2	7,53	100,7	2,12
20L12S_2_T3	7,28	97,9	2,11
20L12S_2_T4	7,08	99,2	2,29
Valeur moyenne	7,32	99,5	2,17
Écart type standard	0,19	1,3	0,08
Coefficient de variation [%]	2,6	1,3	3,7
RTML12S_0_T1	5,48	95,6	2,77
RTML12S_0_T2	5,27	97,4	2,92
RTML12S_0_T3	5,39	101,7	2,98
RTML12S_0_T4	5,96	107,1	2,88
RTML12S_0_T5	5,54	102,8	2,99
RTML12S_0_T6	5,47	105,1	3,10
Valeur moyenne	5,52	101,6	2,94
Écart type standard	0,23	4,4	0,11
Coefficient de variation [%]	4,2	4,3	3,8

TABLE 6.3 – Tableau récapitulatif des propriétés en traction des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0, 20L12S_1, 20L12S_2 et RTML12S_0), où E_t est le module d'élasticité sécant, σ_r est la résistance ultime à la traction et ϵ_r est la déformation ultime à la traction

**Courbes Contrainte-Déformation en traction :
Basalte/InfuGreen 810**

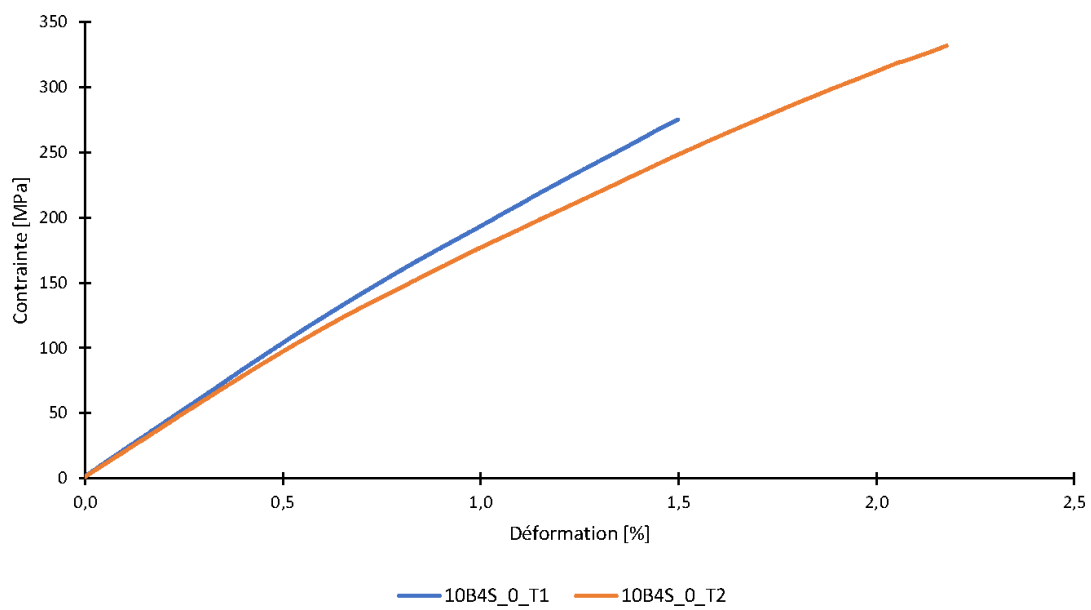


FIGURE 6.1 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Basalte/InfuGreen 810 (10B4S_0)

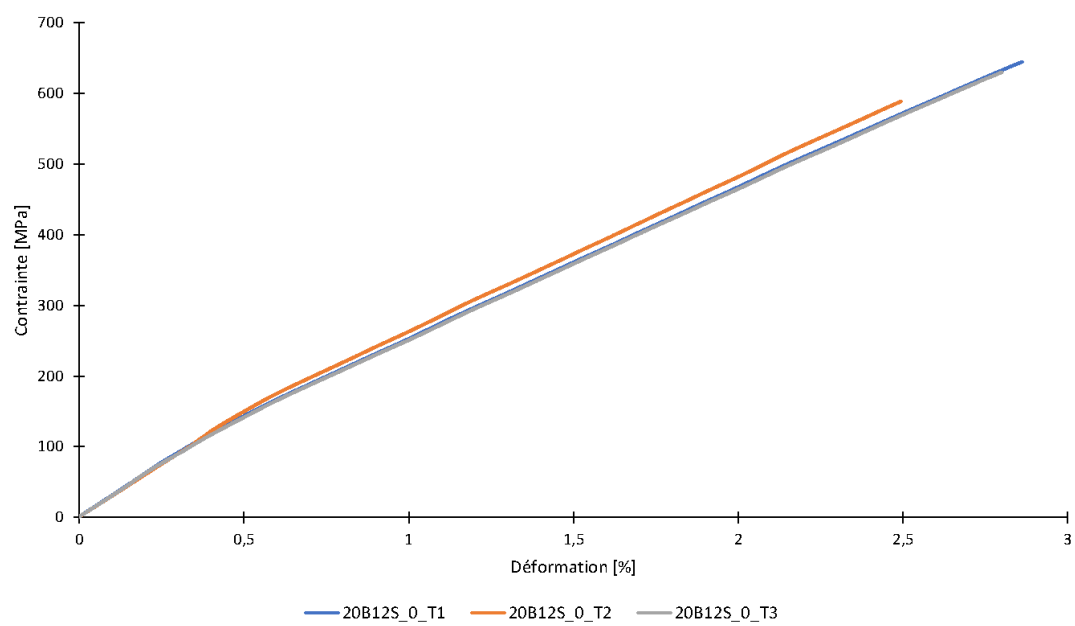


FIGURE 6.2 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0)

Courbes Contrainte-Déformation en traction : Carbone/InfuGreen 810

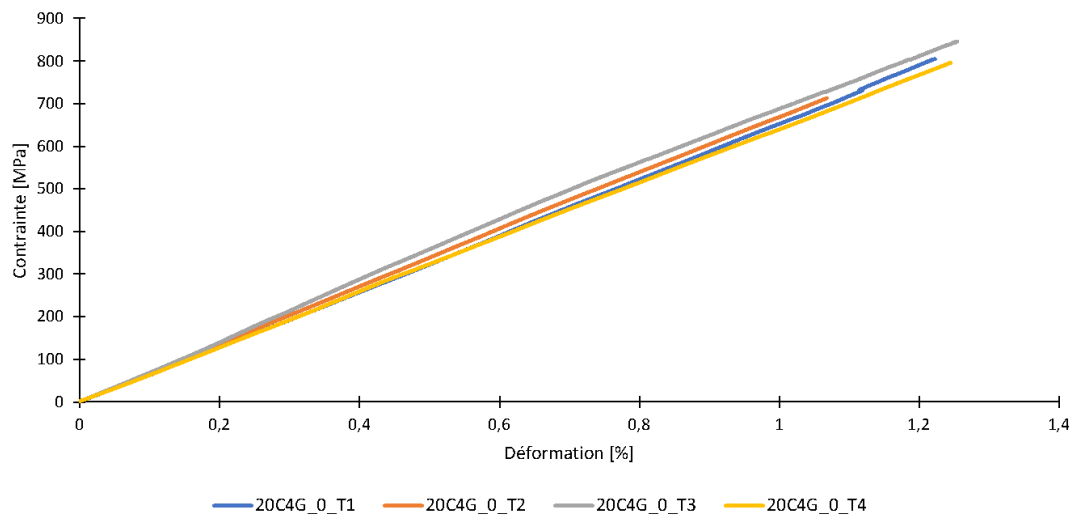


FIGURE 6.3 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0)

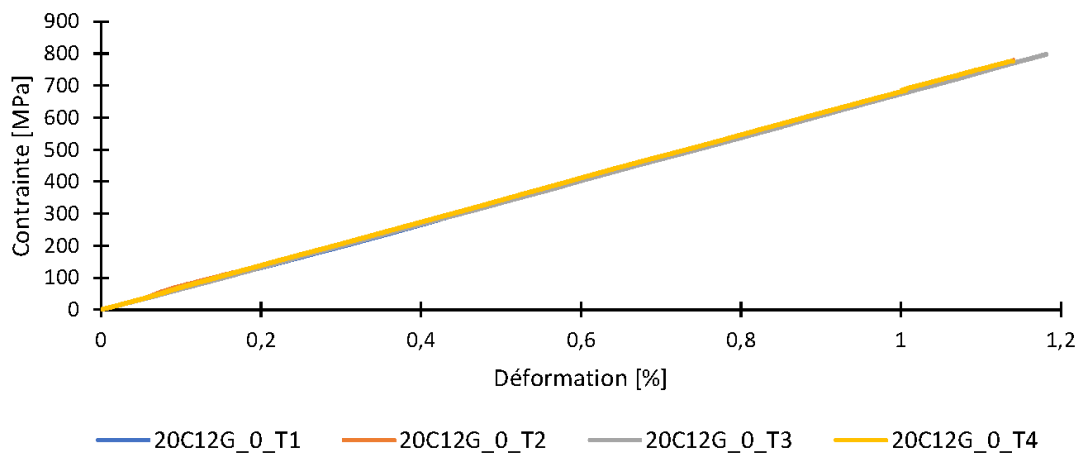


FIGURE 6.4 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Carbone/InfuGreen 810 (20C12G_0)

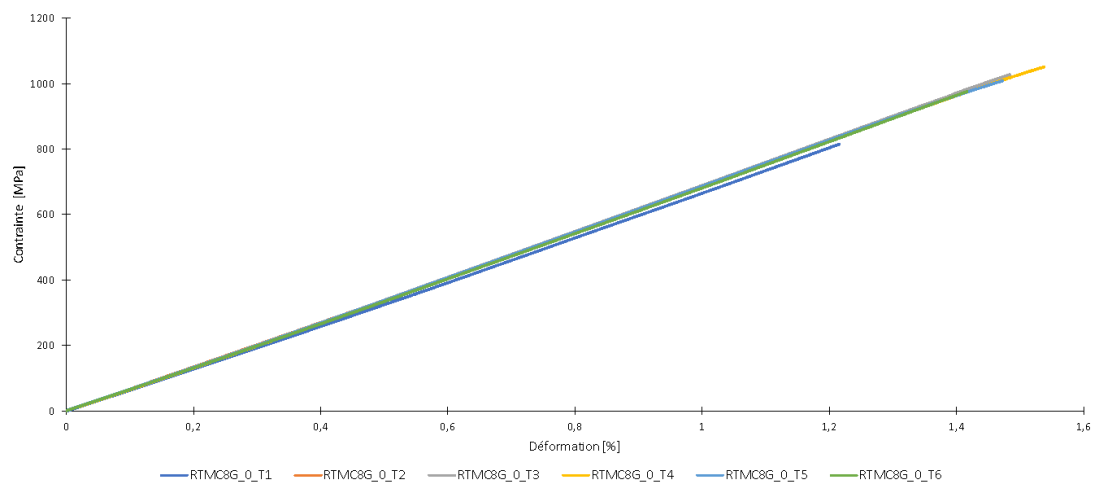


FIGURE 6.5 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Carbone/InfuGreen 810 (*RTMC8G_0*)

Courbes Contrainte-Déformation en traction : Lin/InfuGreen 810

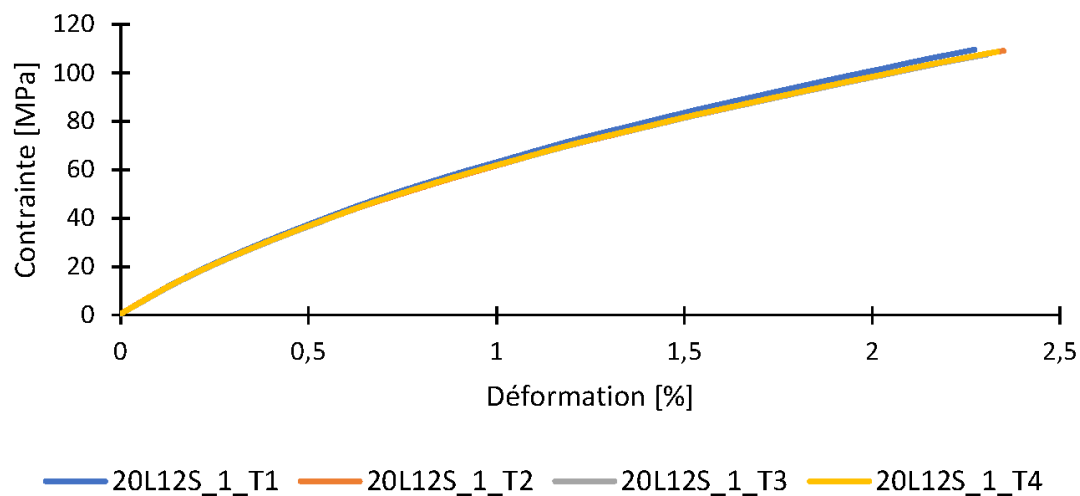


FIGURE 6.6 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Lin/InfuGreen 810 (20L12S_1)

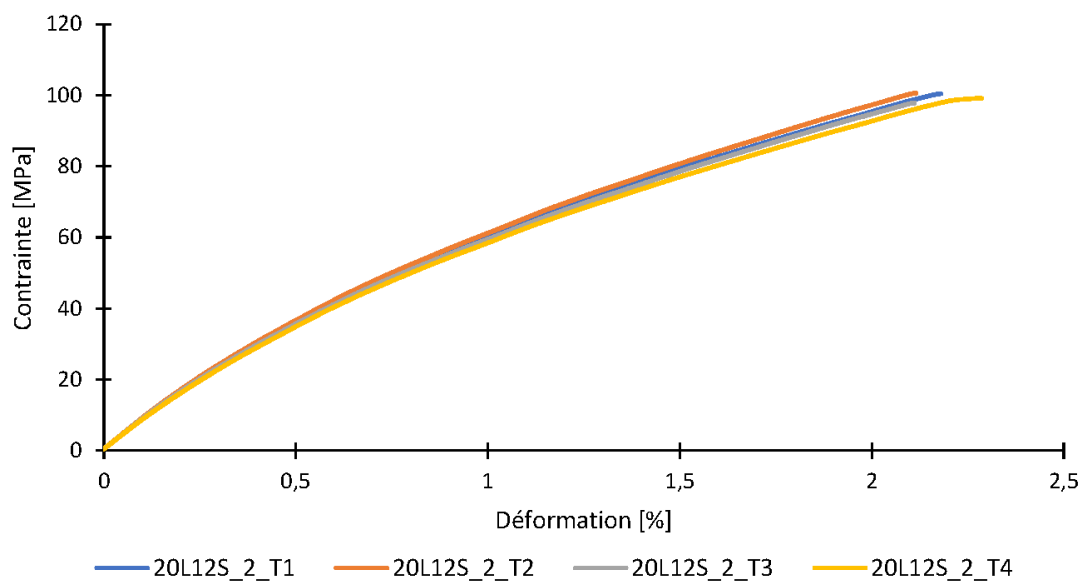


FIGURE 6.7 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Lin/InfuGreen 810 (20L12S_2)

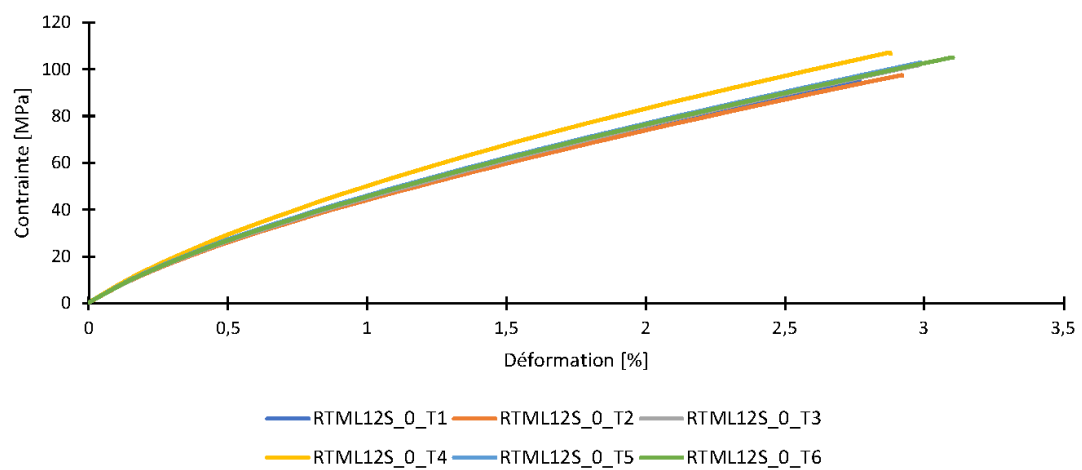


FIGURE 6.8 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de traction Lin/InfuGreen 810 (*RTML12S_0*)

Propriétés en compression : Basalte/InfuGreen 810

Éprouvette	E_c [GPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r [%strain]
20B12S_0_C1	29,98	416,2	1,52
20B12S_0_C2	29,41	<i>Invalide</i>	
20B12S_0_C3	28,10	479,1	1,90
Valeur moyenne	29,16	447,6	1,71
Écart type standard	0,96	44,50	0,27
Coefficient de variation [%]	3,3	9,9	15,9
20B8S_0_C1	25,63	<i>Invalide</i>	
20B8S_0_C2	25,58	<i>Invalide</i>	
20B8S_0_C3	25,12	<i>Invalide</i>	
Valeur moyenne	25,44	/	
Écart type standard	0,28	/	
Coefficient de variation [%]	1,1	/	

TABLE 6.4 – Tableau récapitulatif des propriétés en traction des éprouvettes Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0 et 20B8S_0), où E_c est le module d'élasticité sécant en compression, σ_r la résistance ultime à la compression ; ϵ_r est la déformations ultime à la compression

Propriétés en compression : Carbone/InfuGreen 810

Éprouvette	E_c [GPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r [%strain]
20C4G_0_C1	59,13	Invalide	
20C4G_0_C2	61,54	Invalide	
20C4G_0_C3	Invalide		
Valeur moyenne	60,34	/	
Écart type standard	1,70	/	
Coefficient de variation [%]	2,8	/	
20C8G_0_C1	61,83	472,1	0,78
20C8G_0_C2	60,07	480,8	0,83
Valeur moyenne	60,95	476,5	0,80
Écart type standard	1,24	6,2	0,04
Coefficient de variation [%]	2,0	1,3	5,0
20C12G_0_C1	Invalide		
20C12G_0_C2	63,00	488,6	0,81
20C12G_0_C3	Invalide		
RTMC8G_0_C1	62,31	488,2	0,82
RTMC8G_0_C2	Invalide		
RTMC8G_0_C3	63,06	511,6	0,84
RTMC8G_0_C4	62,89	438,1	0,72
RTMC8G_0_C5	64,11	456,0	0,77
Valeur moyenne	63,09	473,5	0,79
Écart type standard	0,75	32,8	0,05
Coefficient de variation [%]	1,2	6,9	6,9

TABLE 6.5 – Tableau récapitulatif des propriétés en traction des éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0, 20C8G_0, 20C12G_0 et RTMC8G_0), où E_c est le module d'élasticité sécant en compression, σ_r la résistance ultime à la compression ; ϵ_r est la déformations ultime à la compression

Propriétés en compression : Lin/InfuGreen 810

Éprouvette	E_c [GPa]
20L12S_0_C1	<i>Invalide</i>
20L12S_0_C2	6,25
20L12S_0_C3	6,43
Valeur moyenne	6,34
Écart type standard	0,13
Coefficient de variation [%]	2,0
20L12S_1_C1	7,29
20L12S_1_C2	7,22
20L12S_1_C3	7,27
Valeur moyenne	7,26
Écart type standard	0,04
Coefficient de variation [%]	0,5
20L12S_2_C1	7,38
20L12S_2_C2	<i>Invalide</i>
20L12S_2_C3	<i>Invalide</i>
RTML12S_0_C1	7,38
RTML12S_0_C2	<i>Invalide</i>
RTML12S_0_C3	7,32
RTML12S_0_C4	7,33
RTML12S_0_C5	7,41
RTML12S_0_C6	6,90
Valeur moyenne	7,27
Écart type standard	0,21
Coefficient de variation [%]	2,9

TABLE 6.6 – Tableau récapitulatif des propriétés en traction des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0, 20L12S_1, 20L12S_2 et RTML12S_0), où E_c est le module d'élasticité sécant en compression

**Courbes Contrainte-Déformation en compression :
Basalte/InfuGreen 810**

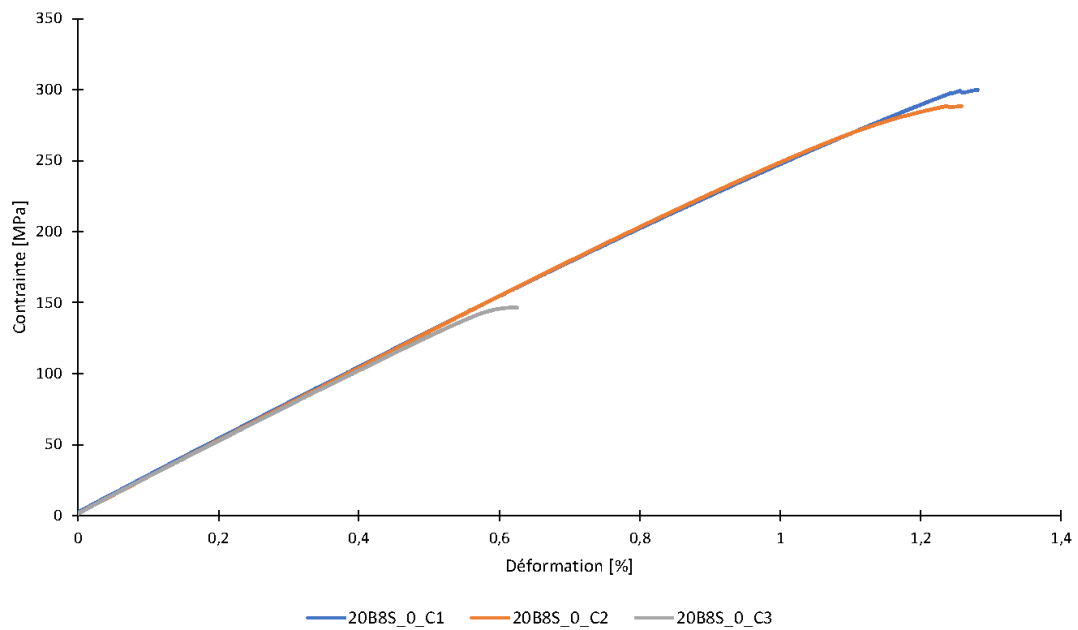


FIGURE 6.9 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de compression Basalte/InfuGreen 810 (20B8S_0)

Courbes Contrainte-Déformation en compression : Carbone/InfuGreen 810

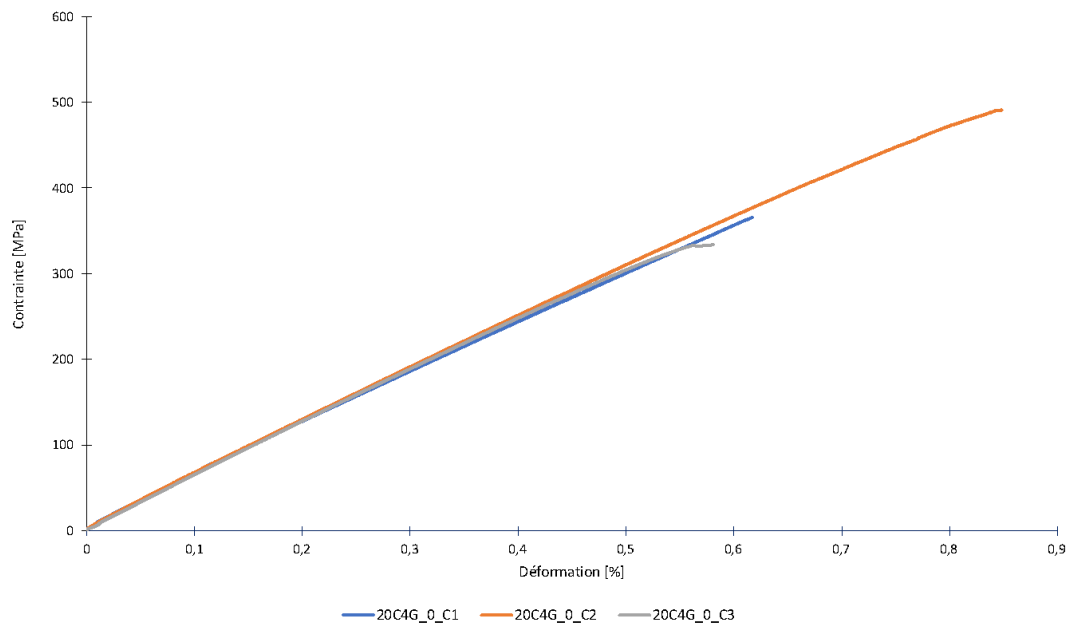


FIGURE 6.10 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de compression Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0)

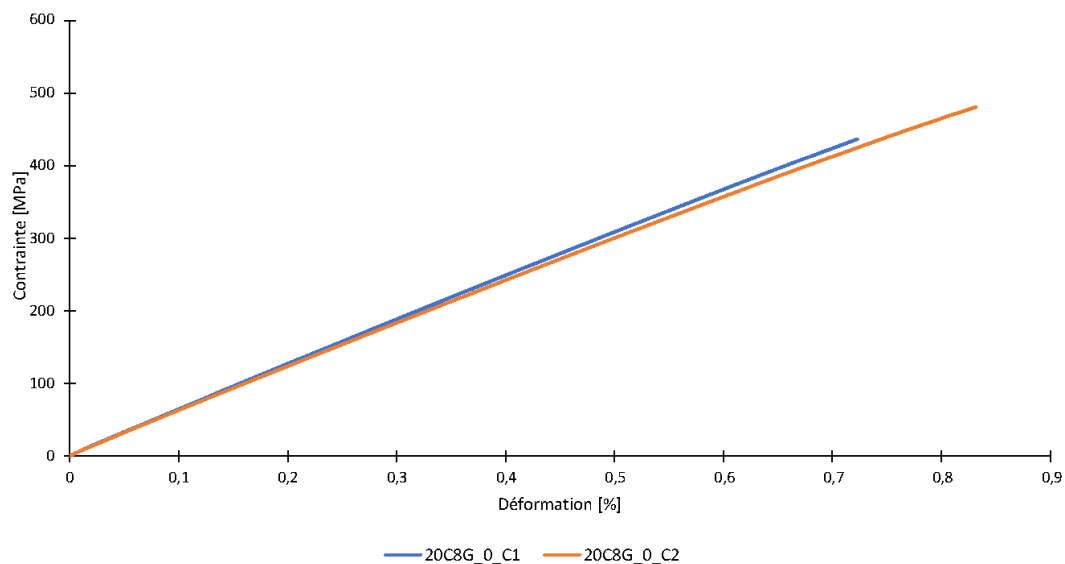


FIGURE 6.11 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de compression Carbone/InfuGreen 810 (20C8G_0)

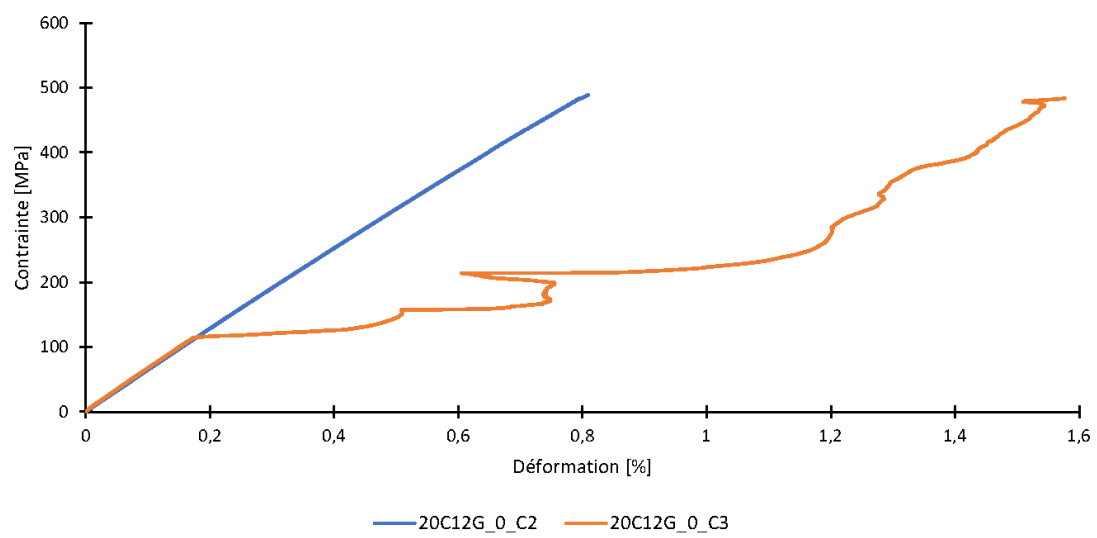


FIGURE 6.12 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de compression Carbone/InfuGreen 810 (20C12G_0)

Propriétés en flexion : Basalte/InfuGreen 810

Éprouvette	E_f [GPa]	σ_f [MPa]	ϵ_f [%strain]
20B12S_0_F1	21,99	729,2	3,01
20B12S_0_F2	24,44	746,5	3,24
20B12S_0_F3	25,67	697,8	2,66
Valeur moyenne	24,03	724,5	2,97
Écart type standard	1,88	24,65	0,29
Coefficient de variation [%]	7,8	3,4	9,8
20B8S_0_F1	16,48	445,4	3,32
20B8S_0_F2	17,30	636,2	3,63
20B8S_0_F3	12,71	378,9	3,81
Valeur moyenne	15,45	486,8	3,59
Écart type standard	2,45	133,6	0,25
Coefficient de variation [%]	15,8	27,4	6,9

TABLE 6.7 – Tableau récapitulatif des propriétés en flexion des éprouvettes Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0 et 20B8S_0), où E_f est le module d'élasticité en flexion, σ_f est la résistance à la flexion et ϵ_f est la déformation en flexion à la résistance en flexion

Propriétés en flexion : Carbone/InfuGreen 810 (page 101)

Propriétés en flexion : Lin/InfuGreen 810 (page 102)

Éprouvette	E_f [GPa]	σ_f [MPa]	ϵ_f [%strain]
20C4G_0_F1	47,17	680,2	1,50
20C4G_0_F2	45,16	599,1	1,41
20C4G_0_F3	48,80	750,6	1,47
Valeur moyenne	47,04	676,7	1,46
Écart type standard	1,82	75,8	0,04
Coefficient de variation [%]	3,9	11,2	2,9
20C8G_0_F1	32,32	295,5	1,08
20C8G_0_F2	39,92	567,0	1,35
20C8G_0_F3	40,40	560,3	1,43
Valeur moyenne	37,55	474,2	1,29
Écart type standard	4,53	154,8	0,18
Coefficient de variation [%]	12,07	32,6	14,1
20C12G_0_F1	21,09	294,5	1,89
20C12G_0_F2	19,05	320,6	1,93
20C12G_0_F3	30,66	379,2	1,51
Valeur moyenne	23,60	331,5	1,78
Écart type standard	6,20	43,4	0,23
Coefficient de variation [%]	26,3	13,1	13,0
RTMC8G_0_FL1	42,30	570,7	1,34
RTMC8G_0_FL2	45,82	574,1	1,38
RTMC8G_0_FL3	20,28	348,0	1,77
RTMC8G_0_FL4	42,26	559,8	1,59
RTMC8G_0_FL5	23,46	107,9	0,58
RTMC8G_0_FL6	42,54	566,2	1,50
Valeur moyenne	36,12	454,4	1,36
Écart type standard	11,16	191,2	0,41
Coefficient de variation [%]	30,9	42,1	30,3
RTMC8G_0_FT1	31,48	315,7	1,08
RTMC8G_0_FT2	56,14	663,4	1,30
RTMC8G_0_FT3	51,52	589,7	1,13
RTMC8G_0_FT4	50,51	665,7	1,43
RTMC8G_0_FT5	16,68	177,1	1,07
Valeur moyenne	41,27	482,3	1,20
Écart type standard	16,68	222,9	0,16
Coefficient de variation [%]	40,4	46,2	13,2

TABLE 6.8 – Tableau récapitulatif des propriétés en flexion des éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0, 20C8G_0, 20C12G_0 et RTMC8G_0), où E_f est le module d'élasticité en flexion, σ_f est la résistance à la flexion et ϵ_f est la déformation en flexion à la résistance en flexion

Éprouvette	E_f [GPa]	σ_f [MPa]	ϵ_f [%strain]
20L12S_0_F1	6,82	145,4	3,46
20L12S_0_F2	7,15	148,0	5,10
20L12S_0_F3	6,15	145,3	5,11
Valeur moyenne	6,70	146,2	4,56
Écart type standard	0,51	1,5	0,95
Coefficient de variation [%]	7,6	1,0	20,8
20L12S_1_F1	6,37	147,4	3,98
20L12S_1_F2	6,93	143,0	3,86
20L12S_1_F3	7,08	143,2	3,94
Valeur moyenne	6,79	144,6	3,93
Écart type standard	0,37	2,5	0,06
Coefficient de variation [%]	5,5	1,7	1,6
20L12S_2_F1	7,10	143,8	3,67
20L12S_2_F1	7,16	154,0	3,55
20L12S_2_F2	7,77	145,2	3,43
Valeur moyenne	7,34	147,6	3,55
Écart type standard	0,37	5,5	0,12
Coefficient de variation [%]	5,1	3,7	3,4
RTML12S_0_FL1	7,00	149,7	4,27
RTML12S_0_FL2	7,05	149,6	4,50
RTML12S_0_FL3	7,14	151,0	4,18
RTML12S_0_FL4	7,39	147,0	4,35
RTML12S_0_FL5	6,52	128,4	4,58
RTML12S_0_FL6	6,94	128,3	4,72
Valeur moyenne	7,01	142,3	4,43
Écart type standard	0,28	10,9	0,20
Coefficient de variation [%]	4,1	7,7	4,6
RTML12S_0_FT1	6,27	118,8	3,39
RTML12S_0_FT2	6,27	105,7	3,37
RTML12S_0_FT3	6,09	116,6	3,15
RTML12S_0_FT4	6,78	111,2	3,04
RTML12S_0_FT5	6,61	100,5	3,12
Valeur moyenne	6,40	110,6	3,21
Écart type standard	0,28	7,6	0,16
Coefficient de variation [%]	4,4	6,8	5,0

TABLE 6.9 – Tableau récapitulatif des propriétés en flexion des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0, 20L12S_1, 20L12S_2 et RTML12S_0), où E_f est le module d'élasticité en flexion, σ_f est la résistance à la flexion et ϵ_f est la déformation en flexion à la résistance en flexion

**Courbes Contrainte-Déformation en flexion :
Basalte/InfuGreen 810**

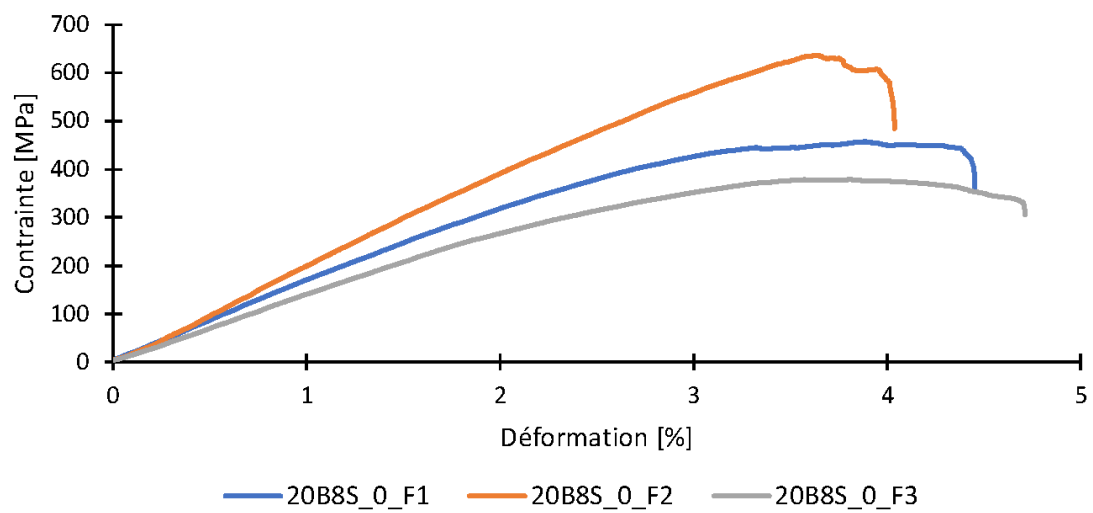


FIGURE 6.13 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Basalte/InfuGreen 810 (20B8S_0)

Courbes Contrainte-Déformation en flexion : Carbone/InfuGreen 810

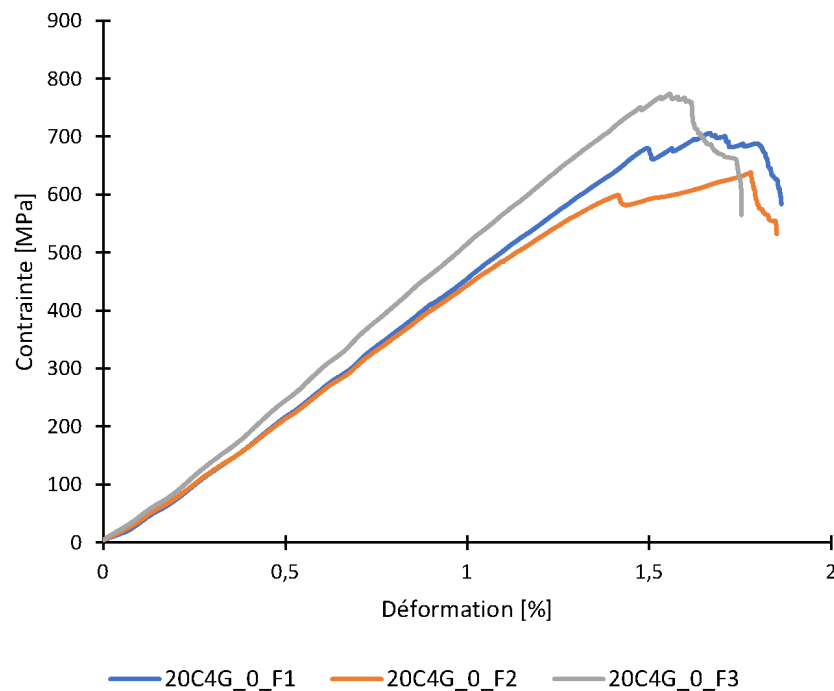


FIGURE 6.14 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0)

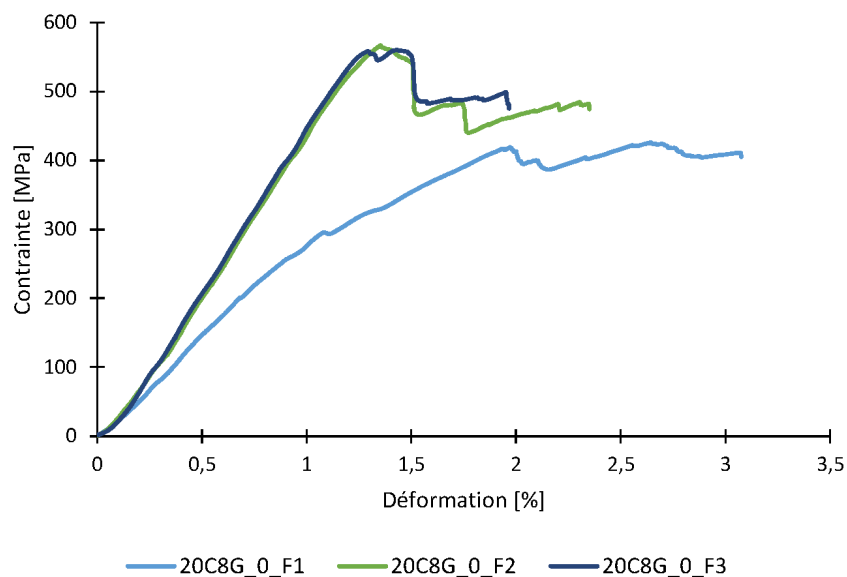


FIGURE 6.15 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Carbone/InfuGreen 810 (20C8G_0)

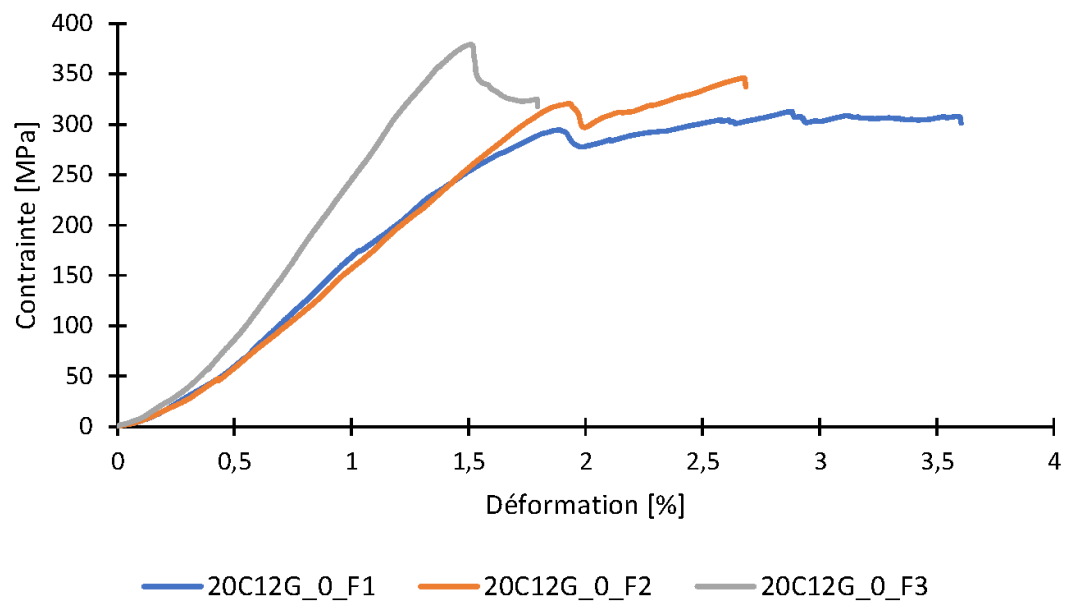


FIGURE 6.16 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Carbone/InfuGreen 810 (20C12G_0)

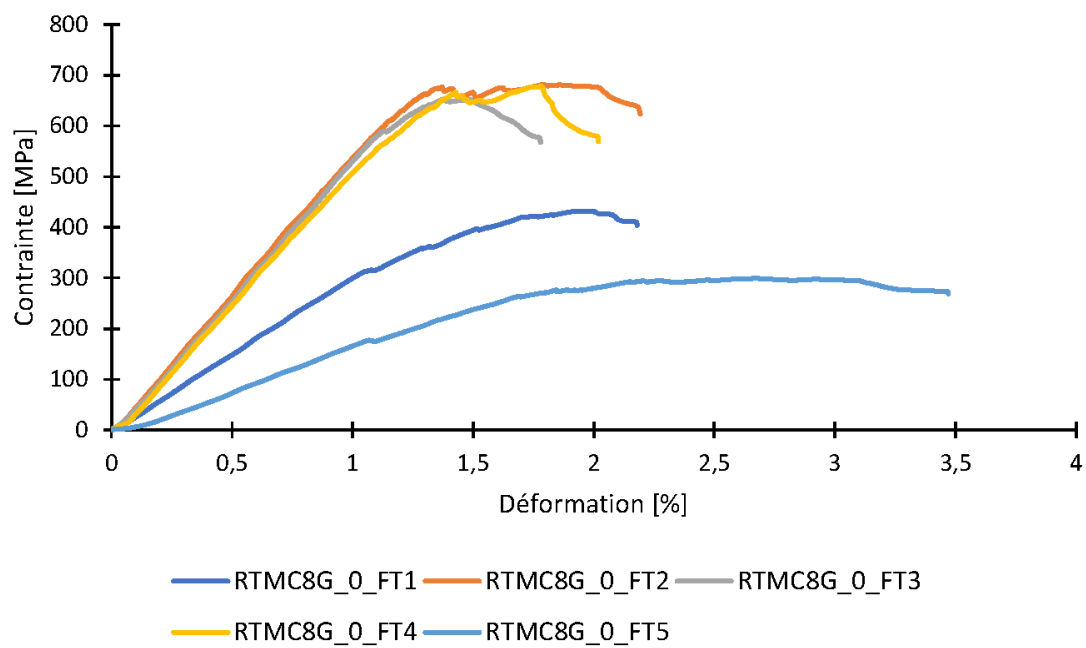


FIGURE 6.17 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Carbone/InfuGreen 810 (RTMC8G_0); éprouvettes transversales

Courbes Contrainte-Déformation en flexion : Lin/InfuGreen 810

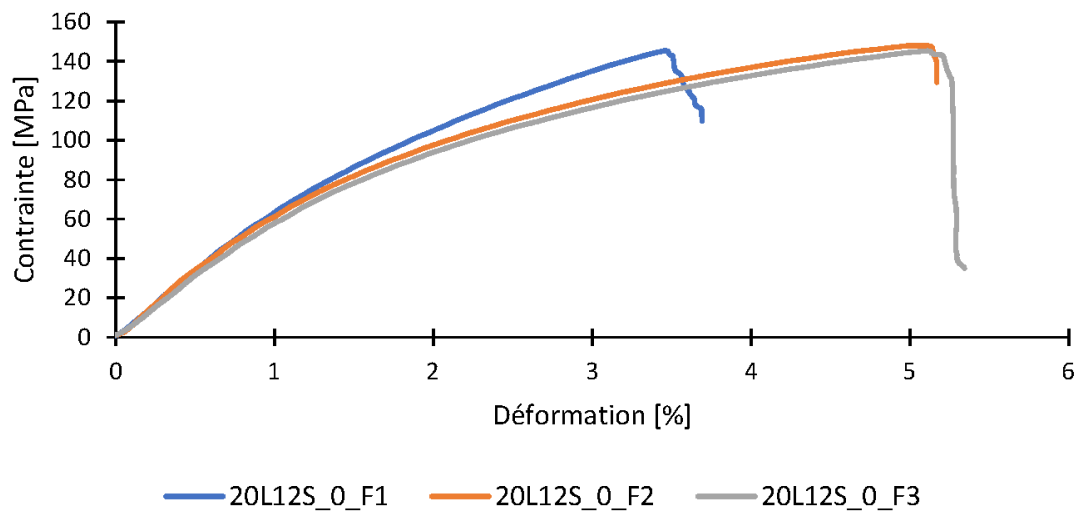


FIGURE 6.18 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0)

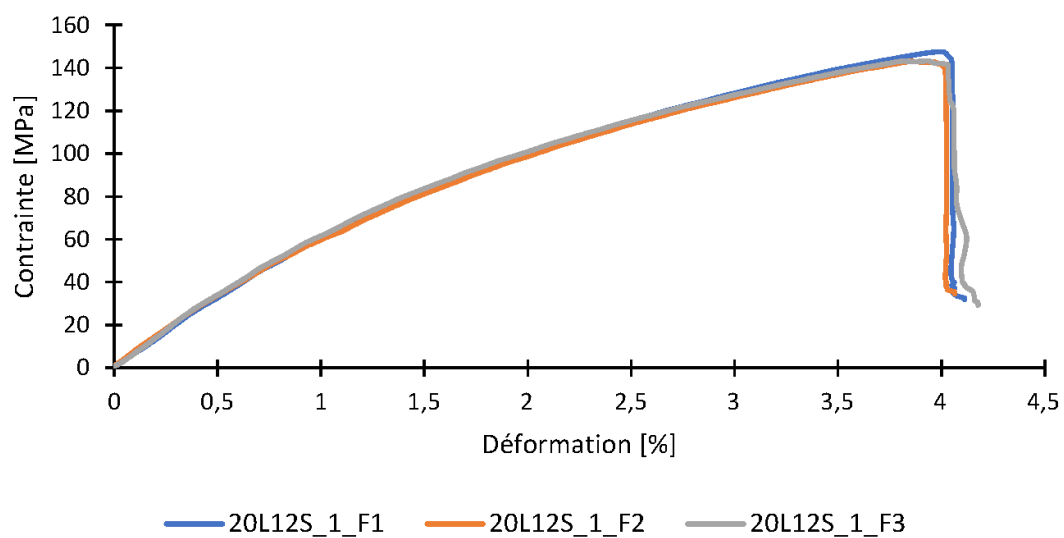


FIGURE 6.19 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Lin/InfuGreen 810 (20L12S_1)

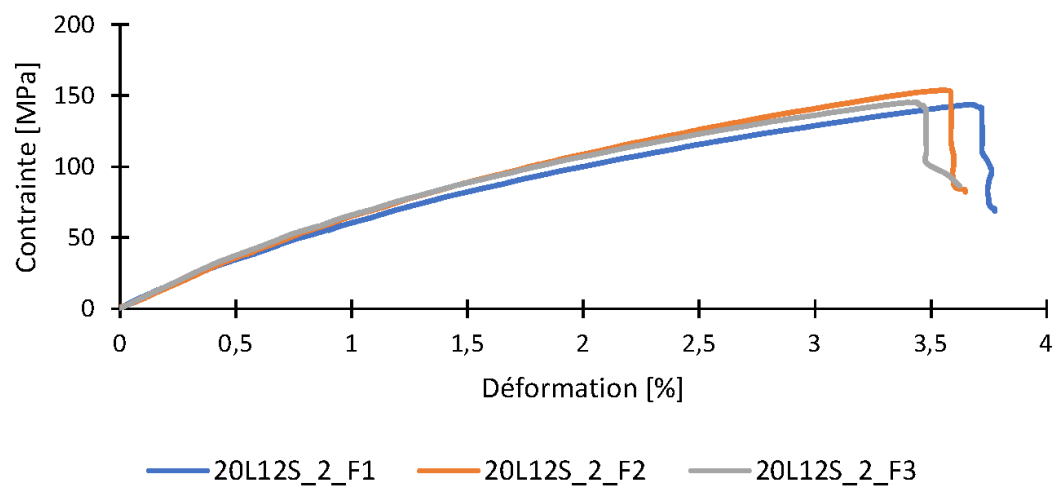


FIGURE 6.20 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Lin/InfuGreen 810 (20L12S_2)

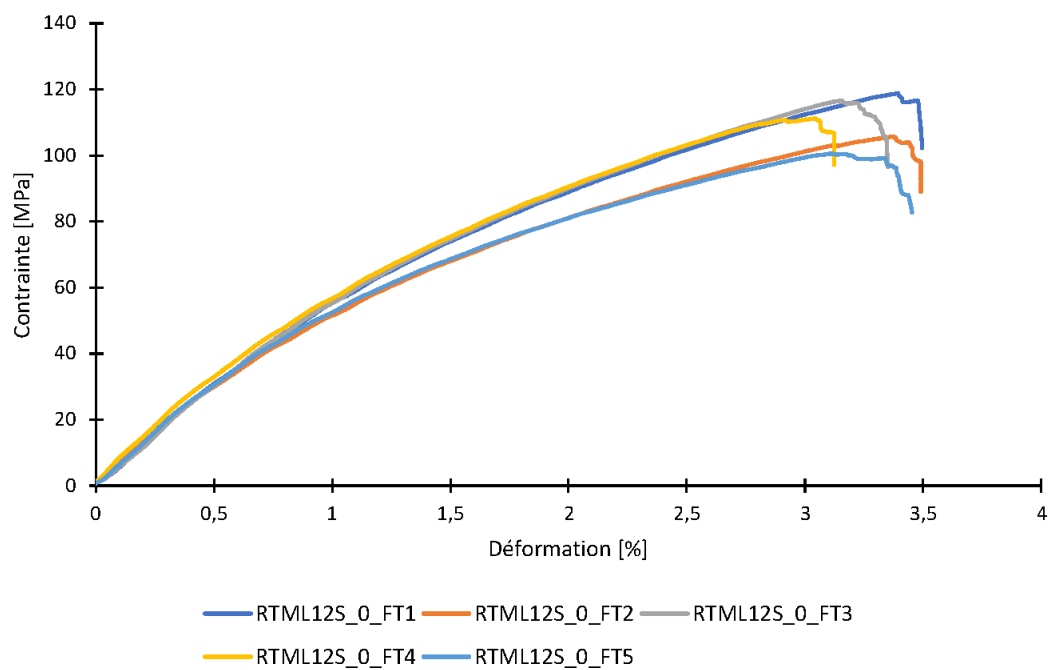


FIGURE 6.21 – Courbes Contrainte-Déformation des éprouvettes de flexion Lin/InfuGreen 810 (RTML12S_0); éprouvettes transversales

Annexe G

Résistance au cisaillement interlaminaire apparent : Basalte/InfuGreen 810

Éprouvette	τ [MPa]	Éprouvette	τ [MPa]
20B12S_0_I1	48,9	20B8S_0_I1	44,5
20B12S_0_I2	49,3	20B8S_0_I2	39,0
20B12S_0_I3	48,2		
Valeur moyenne	48,8	Valeur moyenne	41,7
Écart type standard	0,6	Écart type standard	3,9
Coefficient de variation [%]	1,1	Coefficient de variation [%]	9,4

TABLE 6.10 – Tableau récapitulatif de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent des éprouvettes Basalte/InfuGreen 810 (20B12S_0 et 20B8S_0), où τ est la contrainte en cisaillement interlaminaire apparent

**Résistance au cisaillement interlaminaire apparent :
Carbone/InfuGreen 810**

Éprouvette	τ [MPa]	Éprouvette	τ [MPa]
20C4G_0_I1	45,3	20C8G_0_I1	36,8
20C4G_0_I2	45,7	20C8G_0_I2	26,5
Valeur moyenne	45,5	Valeur moyenne	31,6
Écart type standard	0,3	Écart type standard	7,3
Coefficient de variation [%]	0,6	Coefficient de variation [%]	23,1
RTMC8G_0_IT1	33,2	RTMC8G_0_IL1	24,5
RTMC8G_0_IT2	20,4	RTMC8G_0_IL2	28,5
RTMC8G_0_IT3	39,3	RTMC8G_0_IL3	12,7
		RTMC8G_0_IL4	22,2
Valeur moyenne	31,0	Valeur moyenne	22,0
Écart type standard	9,6	Écart type standard	6,7
Coefficient de variation [%]	31,1	Coefficient de variation [%]	30,6
20C12G_0_I1	34,1		
20C12G_0_I2	35,9		
20C12G_0_I3	16,1		
Valeur moyenne	28,7		
Écart type standard	10,9		
Coefficient de variation [%]	38,1		

TABLE 6.11 – Tableau récapitulatif de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent des éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0, 20C8G_0, 20C12G_0 et RTMC8G_0), où τ est la contrainte en cisaillement interlaminaire apparent

**Résistance au cisaillement interlaminaire apparent :
Lin/InfuGreen 810**

Éprouvette	τ [MPa]	Éprouvette	τ [MPa]
20L12S_0_I1	16,1	20L12S_1_I1	17,7
20L12S_0_I2	17,8	20L12S_1_I2	16,7
20L12S_0_I3	17,8	20L12S_1_I3	17,9
Valeur moyenne	17,2	Valeur moyenne	17,4
Écart type standard	0,9	Écart type standard	0,7
Coefficient de variation [%]	5,5	Coefficient de variation [%]	3,8
RTML12S_0_IT1	12,3	RTML12S_0_IL1	14,8
RTML12S_0_IT2	12,4	RTML12S_0_IL2	10,8
RTML12S_0_IT3	13,9	RTML12S_0_IL3	17,2
RTML12S_0_IT4	12,2	RTML12S_0_IL4	19,7
RTML12S_0_IT5	14,7	RTML12S_0_IL5	9,2
RTML12S_0_IT6	12,8	RTML12S_0_IL6	15,1
Valeur moyenne	13,0	Valeur moyenne	14,4
Écart type standard	1,0	Écart type standard	4,4
Coefficient de variation [%]	8,0	Coefficient de variation [%]	30,3
20L12S_2_I1	16,2		
20L12S_2_I2	16,2		
20L12S_2_I3	17,2		
Valeur moyenne	16,6		
Écart type standard	0,6		
Coefficient de variation [%]	3,3		

TABLE 6.12 – Tableau récapitulatif de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent des éprouvettes Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0, 20L12S_1, 20L12S_2 et RTML12S_0), où τ est la contrainte en cisaillement interlaminaire apparent

Courbes Force-Temps pour ILSS :
Basalte/InfuGreen 810

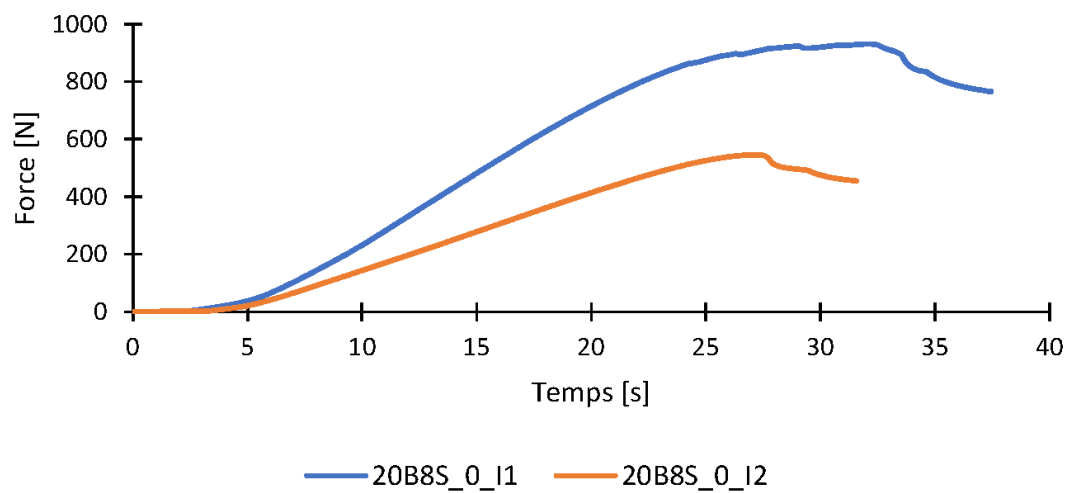


FIGURE 6.22 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Basalte/InfuGreen 810 (20B8S_0)

Courbes Force-Temps pour ILSS : Carbone/InfuGreen 810

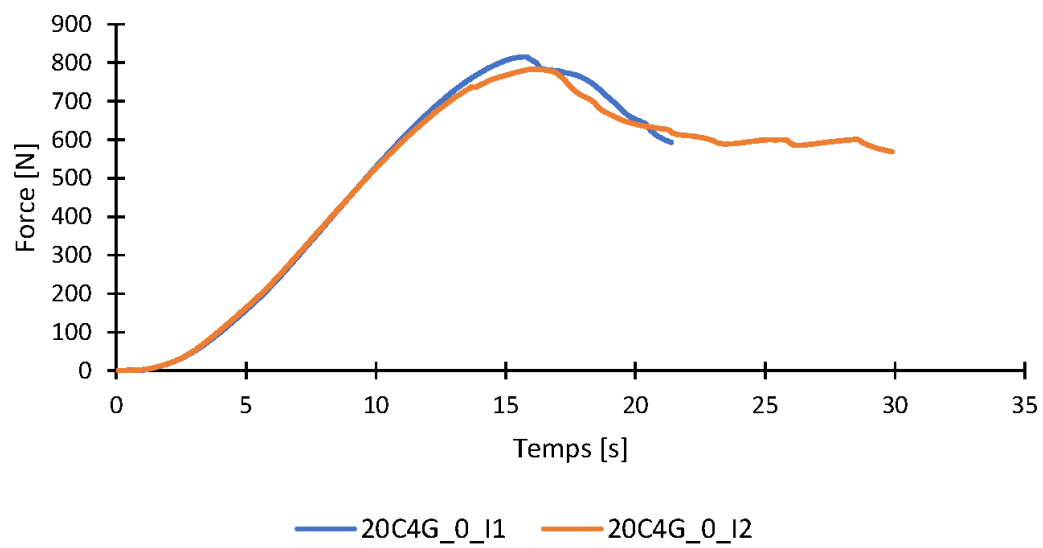


FIGURE 6.23 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Carbone/InfuGreen 810 (20C4G_0)

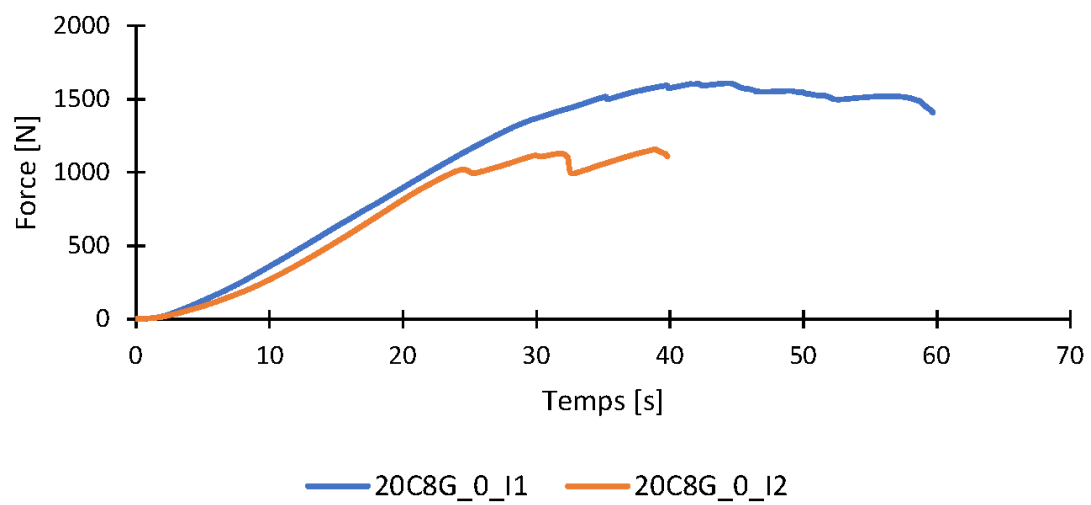


FIGURE 6.24 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Carbone/InfuGreen 810 (20C8G_0)

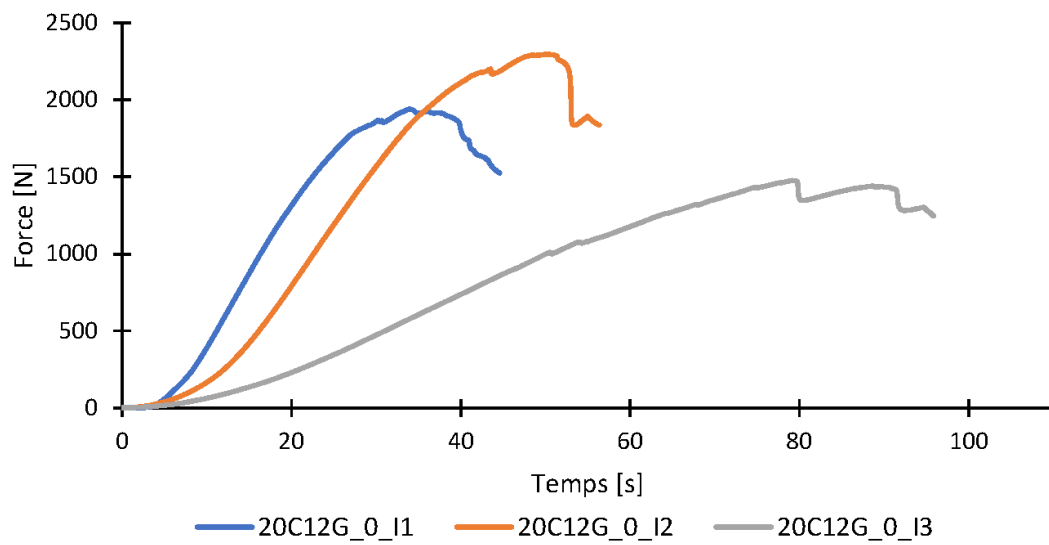


FIGURE 6.25 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Carbone/InfuGreen 810 (20C12G_0)

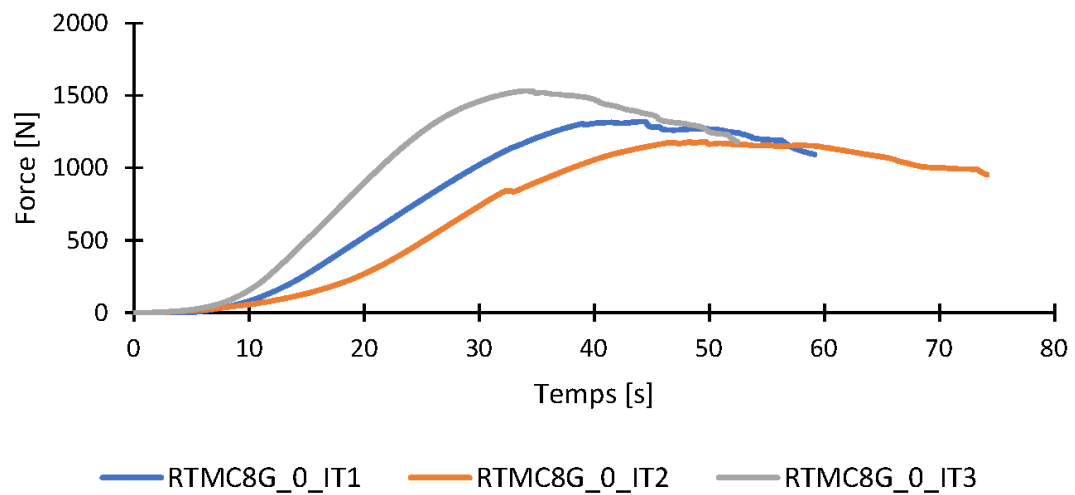


FIGURE 6.26 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Carbone/InfuGreen 810 (RTMC8G_0) ; éprouvettes transversales

Courbes Force-Temps pour ILSS : Lin/InfuGreen 810

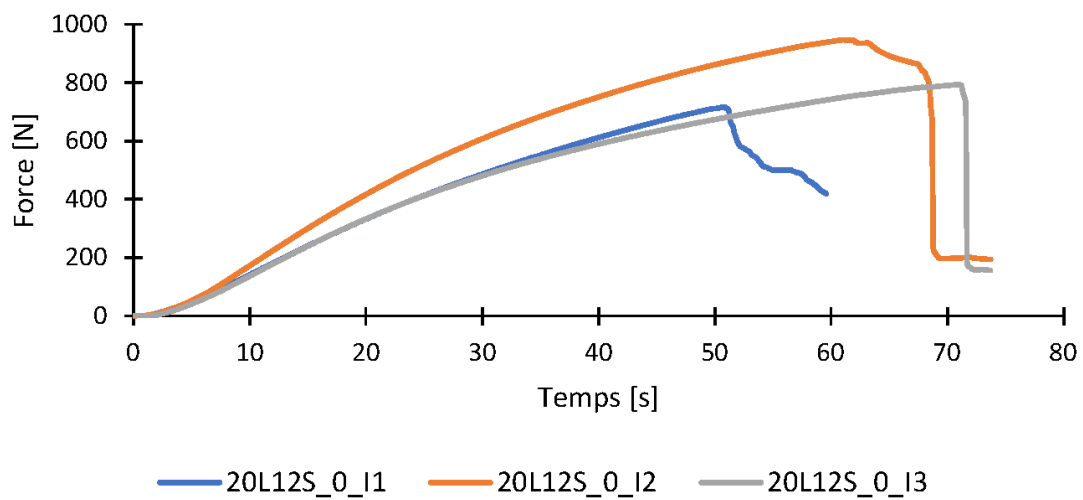


FIGURE 6.27 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Lin/InfuGreen 810 (20L12S_0)

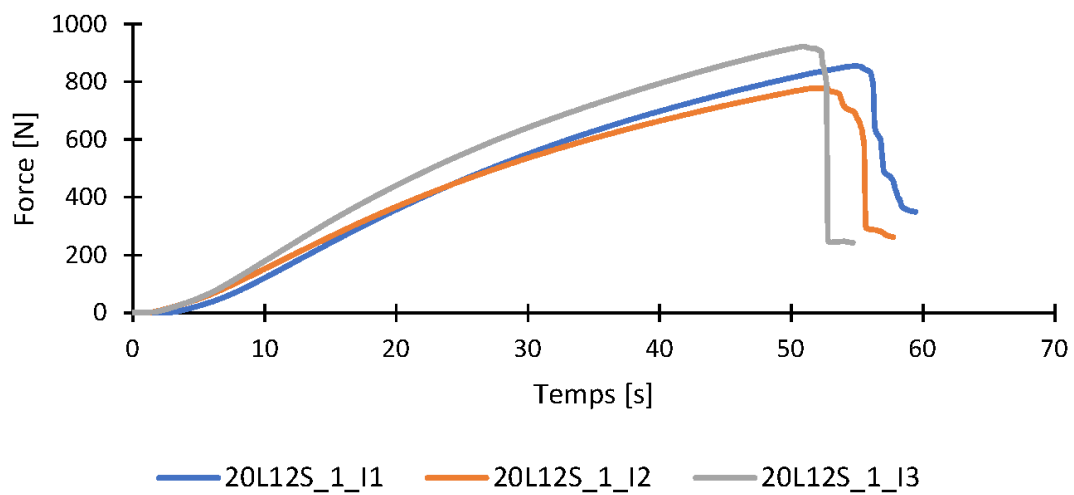


FIGURE 6.28 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Lin/InfuGreen 810 (20L12S_1)

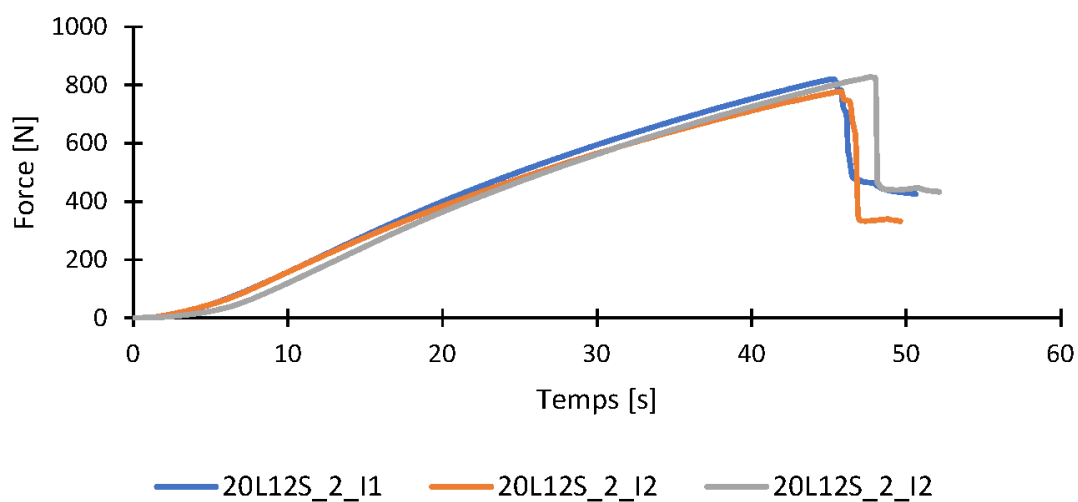


FIGURE 6.29 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Lin/InfuGreen 810 (20L12S_2)

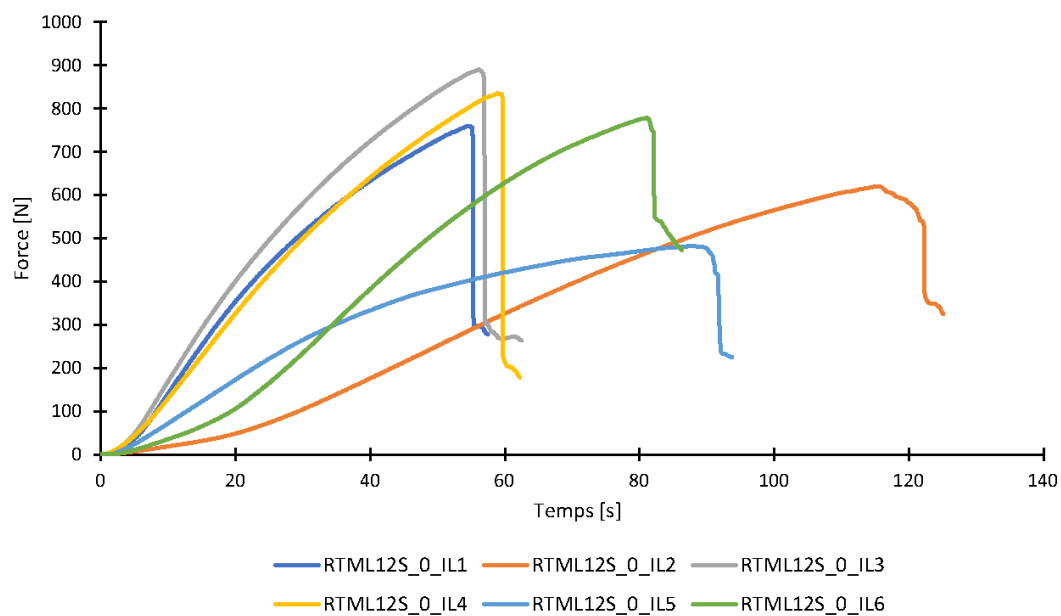


FIGURE 6.30 – Courbes Force-Temps des éprouvettes ILSS Lin/InfuGreen 810 (RTML12S_0); éprouvettes longitudinales

**Propriétés de cisaillement dans le plan :
Carbone/InfuGreen 810 et Lin/InfuGreen 810**

Éprouvette	G [GPa]	τ_f [MPa]	γ_f [% strain]
RTMC8G_0_T45_1	3,51	44,6	4,88
RTMC8G_0_T45_2	2,91	45,8	4,96
RTMC8G_0_T45_3	3,64	46,0	4,94
RTMC8G_0_T45_4	3,41	45,7	4,57
RTMC8G_0_T45_5	3,58	45,6	4,80
RTMC8G_0_T45_6	3,55	45,5	4,86
Valeur moyenne	3,43	45,5	4,83
Écart type standard	0,27	0,5	0,14
Coefficient de variation [%]	7,8	1,0	2,9
RTML12S_0_T45_1	1,33	27,1	4,50
RTML12S_0_T45_2	1,26	25,5	3,92
RTML12S_0_T45_3	1,28	26,4	4,23
RTML12S_0_T45_4	1,53	28,2	4,04
RTML12S_0_T45_5	1,29	26,5	4,29
RTML12S_0_T45_6	1,40	25,0	3,72
Valeur moyenne	1,35	26,4	4,12
Écart type standard	0,10	1,1	0,28
Coefficient de variation [%]	7,7	4,3	6,8

TABLE 6.13 – Tableau récapitulatif des propriétés de cisaillement dans le plan des éprouvettes Carbone/InfuGreen 810 (*RTMC8G_0*) et Lin/InfuGreen 810 (*RTML12S_0*), où G est le module d'élasticité sécant en cisaillement, τ_f est la résistance de cisaillement au moment de la saturation des jauges; γ_f est la déformation de cisaillement au moment de la saturation des jauges

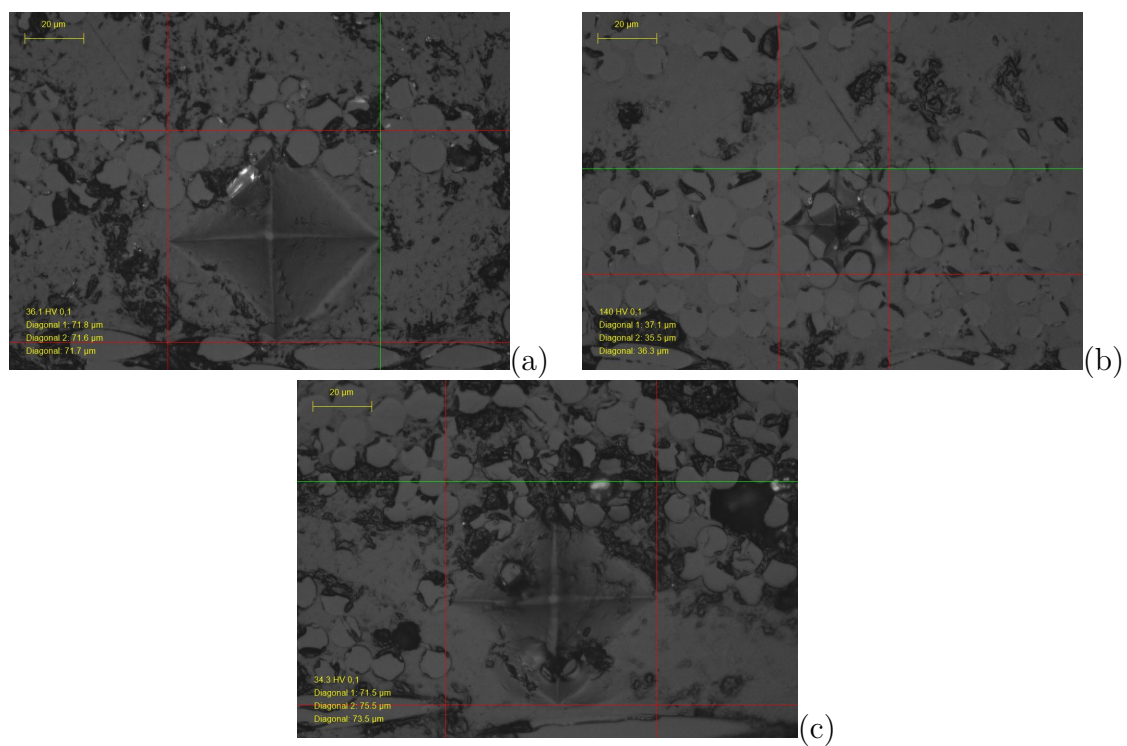


FIGURE 6.31 – Figures montrant les empreintes associées aux durestés ; les morceaux prélevés proviennent de la plaque 20B12S_0

Bibliographie

- [1] Government Accountability Office (GAO). Online, accessed 20-02-21. Available : <https://learn.skillman.eu/pluginfile.php/1517/content/1/d11849.pdf>.
- [2] Nicolas Chevalier Patrick Fenichel and Françoise Brucker-Davis. Bisphenol a : an endocrine and metabolic disruptor. In *Annales d'endocrinologie, volume 74, pages 211–220. Elsevier, 2013.*
- [3] Description du projet MACOBIO. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://uclouvain.be/en/research-institutes/imcn/bsma/macobio.html>.
- [4] Charline Van Innis. Static and fatigue failure mechanisms of a bio-sourced epoxy resin : towards a bio-based composite. Master's thesis, Ecole Polytechnique de Louvain, 2019–2020.
- [5] Noah Jost. Mechanical properties of a bio-sourced epoxy resin for composite applications. Master's thesis, Ecole Polytechnique de Louvain, 2019–2020.
- [6] Lara Mazy. Experimental analysis of mechanical characteristics of bio-sourced composites with hand lay-up technique. Master's thesis, Ecole Polytechnique de Louvain, 2020–2021.
- [7] Daniel Gay. Matériaux composites, 5e édition révisée. *page 19-33. Hermes Science.*
- [8] Suong V. Hoa Daniel Gay. Composite materials, 2nd édition. *Boca Raton, 2007.*
- [9] Meriem Fehri. Comportements mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles. Master's thesis, Université de Caen Normandie, 2018.
- [10] Santé et sécurité au travail Inrs. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://www.inrs.fr/risques/fibres-hors-amiante/generalites.html%7D%20/textcolor%7Bred%7D%7BCOMPLETER>.
- [11] Mode in textile by ifth. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://www.modeintextile.fr/estimations-2018-de-production-mondiale-de-fibres-dnfi/>.
- [12] Anthony Thuault. Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin. Master's thesis, Université Polytechnique Hauts-de-France, 2011.

- [13] Christophe BALEY. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Master's thesis, Université Bretagne Sud, 2004.
- [14] Soybean Car n.d. The Henry Ford Museum. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://www.planetoscope.com/>.
- [15] Karine CHARLET. Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Master's thesis, Université de Caen Normandie, 2006.
- [16] consoGlobe Planétoscope. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://www.thehenryford.org/collections-and-research/digital-resources/popular-topics/soy-bean-car/>.
- [17] Food and Agriculture Organization (FAO) of the United Nations. Online, accessed 20-02-21. Available : <http://www.fao.org/home/en/>.
- [18] M.Hughes R.D.McCall H.S.S.Sharma A.Norton T.Stuart, Q.Liu. Structural biocomposites from flax—part i : Effect of bio-technical fibre modification on composite properties. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 37, issue 3, pages 393-404. Elsevier, 2006.*
- [19] Normandie EMBRIN. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://www.embrin.fr/fr/page/lin>.
- [20] Belgian Linen LIBECO. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://blog.libecohomestores.com/fr/metier-de-lin-fr/extraire-la-fibre/>.
- [21] Industrie Française du Lin USRTL. Online, accessed 20-02-21. Available : <http://www.usrtl-ifl.fr/spip.php?article34>.
- [22] lin de France. Online, accessed 20-02-21. Available : <http://linfrance.com/laculture-du-lin-dans-les-champs-en-5-etapes/>.
- [23] Thomas Cadu. Contribution au développement de l'utilisation des fibres naturelles dans les composites structuraux. Étude du comportement d'un composite lin/epoxy lors d'un vieillissement hygrothermique. Master's thesis, Département de Recherche en Ingénierie des Véhicules pour l'Environnement [Nevers], 2018.
- [24] Farida Bensadoun. In-service behaviour of flax fibre reinforced composites for high performance applications. Master's thesis, KU Leuven, Faculty of engineering science, 2016.
- [25] O. C. J. J. PETERSn H. L. BOS, M. J. A. VAN DEN OEVER. Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fibre reinforced composites. *Journal of Materials Science*, 2002.
- [26] Michel Martin Nicolas Andre. Contribution à l'étude de paramètres influençant les propriétés mécaniques de fibres élémentaires de lin : Corrélation avec les propriétés de matériaux composites. Master's thesis, LIMATB - Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne, 2015.
- [27] et D. Roland J. C. Roland, M. Mosiniak. Dynamique du positionnement de la cellulose dans les parois des fibres textiles du lin (*linum usitatissimum*). *Acta bot. Gallica.*, 1995.

- [28] A. Lefeuvre C. Morvan C. Baley A. Bourmaud, M. Gibaud. Influence of the morphology characters of the stem on the lodging resistance of marylin flax. *Industrial Crops and Products. Elsevier*, 2015.
- [29] C. Baley. Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibers. *Journal of Materials Science, volume 39*, 2014.
- [30] I. Lapierre et P. Belmont. Bilan écologique du lin de la graine au tissu. Master's thesis, Ecole nationale supérieure des arts et industries textiles de Roubaix, 1994.
- [31] Bruce D.M. Davies G.C. Effect of environmental relative humidity and damage on the tensile properties of flax and nettle fibres. Master's thesis, Silsoe Research Institute, Wrest Park, Silsoe, Bedford, MK45 4HS, United Kingdom, 1998.
- [32] Peijs T. Stamboulis A., Baillie C.A. Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites : Part A*, 2001.
- [33] Grohens Y. Baley C., Morvan C. Influence of the absorbed water on the tensile strength of flax fibers. *Macromolecular Symposia*, 2015.
- [34] A.Bourmaud P.Davies C.Baley, A.Le Duigou. Thermoplastic pultrusion of natural fibre reinforced composites. *Composite structures*, 2001.
- [35] Kiekens P. Van de Velde K. Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 43, Issue 8. Elsevier*, 2012.
- [36] Futura Planète : Roche magmatique. Online, accessed 20-02-21. Available : <https://www.futura-sciences.com/planete/definitions/structure-terre-roche-magmatique-1099/>.
- [37] Kyong Yop Rhee Soo-Jin Park David Hui Vivek Dhand, Garima Mittal. A short review on basalt fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B : Engineering, volume 73. Elsevier*, 2015.
- [38] Giuseppe Vairo Elisabetta Monaldo, Francesca Nerilli. Basalt-based fiber-reinforced materials and structural applications in civil engineering. *Composite Structures, volume 214. Elsevier*, 2019.
- [39] K.A. Singha. A short review on basalt fiber. *International Journal of Textile Science*, 2012.
- [40] G.Di Bella A.Valenza V.Fiore, T.Scalici. A review on basalt fibre and its composites. *Composites Part B : Engineering, volume 74. Elsevier*, 2015.
- [41] D Saravanan. Spinning the rocks - basalt fibres. *Journal of the Institution of Engineers (India), Part TX : Textile Engineering Division*, 2006.
- [42] Hongmin Ma Xin Xu Zongwen Li, Jianxun Ma. Properties and applications of basalt fiber and its composites. *IOP Conference Series : Earth and Environmental Science*, 2018.
- [43] Boris Mahltig. Spin process and fiber properties. *Inorganic and Composite Fibers*, 2018.
- [44] J. Rubnerová J. Militky, V. Kovačič. Influence of thermal treatment on tensile failure of basalt. *Engineering Fracture Mechanics, volume 69, issue 9. Elsevier*, 2002.

- [45] T. Czigány T. Deák. Chemical composition and mechanical properties of basalt and glass fibres—a comparison. *Textile Research Journal*, 2009.
- [46] Peng-Cheng Ma Dan Xing, Xiong-Yu Xi. Factors governing the tensile strength of basalt fibre. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 119. Elsevier*, 2019.
- [47] Hafsa Jamshaid Jiří Militký. Influence of temperature on mechanical behavior of basalt fibers. *Properties of Textile and Technical Fibres (Second Edition). Elsevier*, 2018.
- [48] R. Eslami-Farsani S.M.M. Sabet, F. Akhlaghi. The effect of thermal treatment on tensile properties of basalt fibers. *Journal of Ceramic Science and Technology*, 2015.
- [49] Gutnikov S. Pokholok K.-Lazoryak B.-Lipatov Y. Manylov, M. Crystallization mechanism of basalt glass fibers in air. *Mendeleev Commun*, 2013.
- [50] Adrian P. Mouritz. Manufacturing of fibre–polymer composite materials. *Introduction to Aerospace Materials*, 2012.
- [51] Milton Ohring. How engineering materials are strengthened and toughened. *Engineering Materials Science*, 1995.
- [52] Nacelles. Online, accessed 20-02-21. Available : <http://revues.univ-tlse2.fr/pum/nacelles/index.php?id=919>.
- [53] T.K. Wang J.B. Donnet. Carbon fibers : Raw material for carbon fibers. *Encyclopedia of Physical Science and Technology (Third Edition)*, 2003.
- [54] Amod A. Ogale Young-Pyo Jeon. Carbon fibers : Conventional pan precursors. *Handbook of Advanced Ceramics (Second Edition)*, 2013.
- [55] Yves BOUR. Matériaux composites à fibres courtes. relation entre facteur d'orientation et propriétés mécaniques et thermiques. Master's thesis, Université de Lorraine, 1999.
- [56] Y. Liu H. Hu. High modulus, high tenacity yarns. *Technical Textile Yarns*, 2010.
- [57] Yang JM-Kagawa Y Naito K, Tanaka Y. Tensile and flexural properties of single carbon fibres. *KimiyoshiNaito*, 2009.
- [58] René Pailler Cédric Sauder, Jacques Lamon. The tensile behavior of carbon fibers at high temperatures up to 2400°C. *Carbon, volume 42, issue 4. Elsevier*, 2004.
- [59] M. Kant and D. Penumadu. Sea water effects on ultimate tensile and fracture strength of carbon fibers with nanotensile testing. *18TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS*, 2011.
- [60] Joseph S. Terry et Ambrose C. Taylor. The properties and suitability of commercial bio-based epoxies for use in fiber-reinforced composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 2021.
- [61] Dr M. VELTEN. Online, accessed 25-03-21. Présentation RÉSINES ÉPOXYDIQUES, Available : http://bloglorenzo.free.fr/lorenzo/presentation_des_resines_epoxy.pdf.

- [62] Lancelot de Halleux. Analyse des propriétés physico-chimiques de résines époxy biosourcées. Master's thesis, Ecole Polytechnique de Louvain, 2018–2019.
- [63] HEXCEL HexFlow®RTM6 Product Data Sheet. Online, accessed 25-03-21. Présentation RÉSINES ÉPOXYDIQUES, Available : https://www.hexcel.com/user_area/HexFlowRTM6DataSheet.pdf.
- [64] Carmen Sguazzo Eric Ramon and Pedro Moreira. A review of recent research on bio-based epoxy systems for engineering applications and potentialities in the aviation sector. *Aerospace*, 2018.
- [65] Axel Boettcher Christian Berger Andrzej Bledzki, Magdalena Urbaniak and Ryszard Pilawka. Bio-based epoxies and composites for technical applications. *Key Engineering Materials*, 2013.
- [66] Xavier Morelle. Mechanical characterization and physics-based modeling of highly-crosslinked epoxy resin. Master's thesis, Université Catholique de Louvain, 2015.
- [67] P.K. Mallick. Fiber-reinforced composites. *Materials, Manufacturing, and Design, Third Edition*.
- [68] Samia DRIDI. Essais de caractérisation des structures tissées. Master's thesis, IN-SERVICE BEHAVIOUR OF FLAX FIBRE REINFORCED COMPOSITES FOR HIGH PERFORMANCE APPLICATIONS, 2010.
- [69] Anh Tuan Dau. Elaboration d'un outil numérique reliant les échelles micro/méso d'un composite thermoplastique sensible à l'humidité et à la température en quasi-statique. Master's thesis, Ecole Centrale de Nantes, 2019.
- [70] van den Oever MJ Bos HL, Müssig J. Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. composites part a : Applied science and manufacturing. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 37, issue 10. Elsevier*, 2006.
- [71] Nystrom B Skrifvars M. Goutianos S, Peijs T. Development of flax fibre based textile reinforcements for composite applications. *Applied Composite Materials*, 2006.
- [72] Peijs T. Goutianos S. The optimisation of flax fibre yarns for the development of high-performance natural fibre composites.” advanced composites letters. *Composites and Advanced Materials*, 2003.
- [73] Madsen B Rask M. Twisting of fibres in yarns for natural fibre composites. iccm18 - 18th international conference on composite materials. *18th International Conference on Composite Materials*, 2011.
- [74] Christophe Baley Daniel Scida, Alain Bourmaud. Influence of the scattering of flax fibres properties on flax/epoxy woven ply stiffness. *Materials and Design, volume 122. Elsevier*, 2017.
- [75] Bishop SM Curtis PT. An assessment of the potential of woven carbon fibre-reinforced plastics for high performance applications. *Composites, volume 15, issue 4. Elsevier*, 1984.
- [76] Månson J-AE Duc F, Bourban P-E. Dynamic mechanical properties of epoxy/flax fibre composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2014.

- [77] Sham M-LE Kim J-K. Impact and delamination failure of woven-fabric composites. *Composites Science and Technology*, 2000.
- [78] SR InfuGreen 810 Green Epoxy systems for Injection and 2017. Infusion. Sicomin, France. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : <http://www.sicomin.com/datasheets/product-pdf1167.pdf>.
- [79] L-FLAXDRY-BL150 5m2. EcoTechnilin. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : <https://eco-technilin.com/fr/12-flaxdry>.
- [80] Filava 1000 100 100 127T. ISOMATEX S.A. – Advanced Fibres Manufacturer. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : <https://www.isomatex.com/fr/>.
- [81] G0926 D 1304 TCT INJ E01-2F. Hexcel HexForce. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : <https://www.hexcel.com/Products/Fabrics-Reinforcements/HexForce-Woven-Reinforcements>.
- [82] Loctite Frekote 700-NC. Loctite. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : https://www.henkel-adhesives.com/be/fr/produit/mold-release-agents/loctite_frekote700nc.html.
- [83] Zyvox WaterClean. Chem Trend. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : https://fileserv.mates.it/Prodotti/3_Distaccanti/zyvox_waterclean_TDS.pdf.
- [84] Zyvox SealProof. Chem Trend. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : https://fileserv.mates.it/Prodotti/3_Distaccanti/zyvox_sealproof_TDS.pdf.
- [85] Zyvox Release Agent. Chem Trend. Online, accessed 25-03-21. Datasheet, Available : <https://chemtrend.com/news/zyvox-takeoff-revolutionary-release-agents-key-to-aerospace-industrys-sustainability-trends/>.
- [86] Généralités sur les matériaux composites. Online, accessed 25-03-21. Available : <http://thesis.univ-biskra.dz/2282/3/ChapI.PDF>.
- [87] Gurit. Guide to Composite. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.gurit.com/files/documents/guide-to-compositesv5webpdf.pdf>.
- [88] João Ítalo LOPES AMARO. Study and optimisation of flax fibers reinforced bio-sourced epoxy resin composites interfacial adhesion and compatibility. Master's thesis, Université Catholique de Louvain, 2018-2019.
- [89] 2014. ASTM International. ASTM D3039/D3039 M – 14 Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.astm.org/Standards/D3039.html>.
- [90] 2014. ASTM International. ASTM D6641/D6641M – 14 Standard Test Method for Compressive Properties of Polymer Matrix Composite Materials Using a Combined Loading Compression (CLC) Test Fixture. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.astm.org/Standards/D6641.html>.
- [91] 2005. Norme européenne NF EN ISO 178/A1. Plastique Détermination des propriétés en flexion. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.iso.org/fr/standard/45091.html>.
- [92] Méthode d'essai Détermination des propriétés en cisaillement apparent interlaminaire 1989. Norme européenne NF EN ISO 2377. série aéronautique

- plastique renforcés de fibres de verre. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.iso.org/obp/ui/iso:std:iso:14130:ed-1:v1:fr>.
- [93] Méthode d'essai Détermination des propriétés en cisaillement apparent interlaminaire 1997. Norme européenne NF EN ISO 2563. série aérospatiale plastique renforcés de fibres de carbone. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.iso.org/obp/ui/iso:std:iso:14130:ed-1:v1:fr>.
- [94] 1994 (reapproved 2007). ASTM International. D3518/D3518M – 94 Standard Test Method for In-Plane Shear Response of Polymer Matrix Composite Materials by Tensile Test of a $\pm 45^\circ$ Laminate. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.astm.org/Standards/D3518.html>.
- [95] Essais de dureté Vickers BUEHLER. Online, accessed 25-03-21. Available : <https://www.buehler.fr/vickers-hardness-testing.php>.
- [96] Ondrej Krejčí Konstantinos Karvanis, Sona Rusnáková and Milan Zaludek. Preparation, thermal analysis, and mechanical properties of basalt fiber/epoxy composites. *Polymers*, 2020.
- [97] K. Chetehouna K. Khellil Z. Aboura M. Rashid, J. L. Hanus and N. Gascoin. Investigation of the effect of tufts contribution on the in-plane mechanical properties of flax fibre reinforced green biocomposite. *Research Square*, 2021.
- [98] BAKHOUCHE BOCHRA. Caractérisation d'un matériau composite stratifié à fibre de verre/époxy en flexion 3 points statique. Master's thesis, UNIVERSITE BADJI MOKHTAR ANNABA, 2017 - 2018.
- [99] Jie Chen V. Hancoco, C. Poilâne. Composite lin/époxy : optimisation par plan d'expériences. *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, 2011.
- [100] A. Valenza G.D. Bella, V. Fiore. Effect of areal weight and chemical treatment on the mechanical properties of bidirectional flax fabrics reinforced composites. *Materials and Design, volume 31*, 2010.
- [101] Suresh G.Advani Zhihang Fan, Michael H.Santare. Interlaminar shear strength of glass fiber reinforced epoxy composites enhanced with multi-walled carbon nanotubes. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 39, issue 3. Elsevier*, 2017.
- [102] K. Shivakumar F. Abali, A. Pora. Modified short beam shear test for measurement of interlaminar shear strength of composites. *Journal of Composite Materials*, 2003.
- [103] K. Hogriguchir Y. Shindo, R. Wang. Analytical and experimental studies of short-beam interlaminar shear strength of g-10cr glass-cloth/epoxy laminates at cryogenic temperatures. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 2001.
- [104] Radovan Zderob Zouheir Fawaz Habiba Bougherara Zia Mahboob, Ihab El Sawi. Tensile and compressive damaged response in flax fibre reinforced epoxy composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 92. Elsevier*, 2017.

UNIVERSITÉ CATHOLIQUE DE LOUVAIN

École polytechnique de Louvain

Rue Archimède, 1 bte L6.11.01, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique | www.uclouvain.be/epl