



**HAL**  
open science

# Etude du comportement mécanique à l'impact et en post-impact de matériaux composites à fibres végétales

Amélie Cuynet

## ► To cite this version:

Amélie Cuynet. Etude du comportement mécanique à l'impact et en post-impact de matériaux composites à fibres végétales. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Communauté Université Grenoble Alpes, 2018. Français. NNT: . tel-02016447v1

**HAL Id: tel-02016447**

**<https://univ-smb.hal.science/tel-02016447v1>**

Submitted on 12 Feb 2019 (v1), last revised 20 May 2019 (v2)

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

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

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

### **DOCTEUR DE LA COMMUNAUTÉ UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES**

Spécialité : **Sciences pour l'Ingénieur**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

**Amélie Cuynet**

Thèse dirigée par **Franck Toussaint**  
co-dirigée par **Daniel Scida**

préparée au sein du **Laboratoire SYMME : SYstèmes et Matériaux pour  
la MÉcatronique**  
dans l'**École Doctorale SISEO : Sciences et Ingénierie des Systèmes,  
de l'Environnement et des Organisations**

## **Étude du comportement mécanique à l'impact et en post-impact de matériaux composites à fibres végétales**

Thèse soutenue publiquement le **30/11/2018**,  
devant le jury composé de :

**M. Christophe Baley**

Professeur, Université Bretagne Sud, Lorient, Président

**Mme. Anne Bergeret**

Professeur, Ecole des Mines Alès, Alès, Rapporteur

**M. Xiao-Lu Gong**

Professeur, Université de Technologie de Troyes, Troyes, Rapporteur

**M. Laurent Guillaumat**

Professeur, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers, Angers, Examineur

**M. Franck Toussaint**

Professeur, Université Savoie Mont-Blanc, Annecy-le-Vieux, Directeur de thèse

**M. Daniel Scida**

Maître de Conférence, Université de Reims Champagne-Ardenne, Troyes, Co-Directeur de thèse

**M. Manuel Lagache**

Maître de Conférence, Université Savoie Mont-Blanc, Le Bourget-du-Lac, Co-Encadrant de thèse

**M. Emile Roux**

Maître de Conférence, Université Savoie Mont-Blanc, Annecy-le-Vieux, Co-Encadrant de thèse

**M. Rezak Ayad**

Professeur, Université de Reims Champagne-Ardenne, Reims, Invité







---

*Ave Marinette...*

---



## Remerciements

Ce travail de thèse a été l'occasion de nombreuses rencontres et collaborations, que ce soit dans le cadre de mon projet, au laboratoire, en formation ou en déplacement. Toutes ces personnes ont eu un rôle plus ou moins important dans la réussite de mon projet, et c'est pour cette raison que je tiens à leur exprimer toute ma gratitude.

Je souhaite tout d'abord remercier les personnes qui ont participé à mon encadrement tout au long de ces trois années. Un grand merci à mon directeur de thèse Franck Toussaint, avec qui tout a commencé, pour la confiance qu'il m'a accordée, ses conseils et ses encouragements. Merci à Daniel Scida pour son aide précieuse, que ce soit sur les aspects scientifiques, la rédaction ou la préparation de la soutenance, et pour le temps passé à travailler sur le projet. Je remercie également Emile Roux pour sa disponibilité, son soutien et ses nombreux conseils au cours de ces années. Merci à Rezak Ayad d'avoir pris le temps de suivre mon travail et d'apporter de nombreuses propositions et conseils malgré un emploi du temps particulièrement chargé. Merci également à Manuel Lagache pour son implication au sein de l'équipe.

Mes remerciements vont en particulier aux personnes qui ont constitué mon jury de thèse. Je remercie Anne Bergeret et Xiao-Lu Gong pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et d'avoir accepté d'en juger le contenu en tant que rapporteurs. Merci à Christophe Baley d'avoir tenu le rôle de président du jury au cours de ma soutenance, et merci à Laurent Guillaumat d'avoir jugé mon travail en tant qu'examineur.

Je remercie vivement les personnes du laboratoire m'ayant aidée pour tout ce qui concerne l'administratif ou l'informatique et qui se sont montrées indispensables : Françoise (toujours avec le sourire), Nassika (qui m'a solutionné tous mes problèmes administratifs), Agnès, Christelle, Jérôme... Merci aux membres du laboratoire m'ayant conseillée ou appuyée sur des problématiques relatives à mon projet : Blaise (pour son énorme travail sur la tour de chute et toutes les découpes de plaques que je lui ai demandées de faire), Christophe D. (qui m'a appris à utiliser la machine de fatigue et n'a pas tenu rigueur de mes maladroites avec la machine en question), Pierre V. (pour m'avoir transmis une partie de ses compétences sur l'imagerie et la corrélation), Pascale (pour la machine de traction), Ludovic (pour les cours sur Python et ses conseils sur LaTeX), Laurent T. (pour ses conseils), Jean-Christophe (qui m'a gentiment prêté du matériel) et Sandrine (pour le MEB). Je remercie en particulier Titouan Cronier, qui a effectué son stage en relation avec mon projet de thèse et qui a fourni un travail remarquable.

Je tiens également à remercier tous mes collègues de l'IUT, qui m'ont intégrée dans le groupe QLIO, et en particulier Julien, Chantal, Magali, Jean-Luc et Stéphane qui m'ont conseillée à de nombreuses reprises pour que je puisse progresser dans mes enseignements.

Mes remerciements s'adressent désormais à tous les doctorants (et maintenant docteurs pour certains) que j'ai cotoyés au laboratoire pendant ces 3 années et avec qui j'ai passé de très bons moments :

mon "p'tit frère" Mathias C. (pour tous ces moments de rire et pour m'avoir écoutée quand ça n'allait pas, tu mérites que je te lègue ma super chaise de bureau !), Mathias U. (pour ta sympathie et nos discussions sur le sport et le ski en particulier), Aurélien (pour les bons moments passés dans notre bureau et m'avoir fait découvrir les pad thaïs), Thibaut (pour m'avoir légué la super place près de la fenêtre et pour avoir été un super coéquipier au hand), Amandine (pour avoir été

notre "maman" à tous avec ton implication en tant que représentante des doctorants et pour ces bons moments passés ensemble), Thomas L. (pour avoir fait énormément pour tous les doctorants et pour toujours proposer des sorties sympas pour nous changer les idées), Jérémy R. (pour tes conseils pré-soutenance et pour avoir endossé le rôle de gardien de hand avec brio), Pierre (pour l'organisation des barbec' et nos discussions sympas), Moustafa (pour avoir été un super voisin et pour nos parties de 4 images 1 mot), Mohamed (pour ta gentillesse et tes mots de soutien), Jean (pour nous rendre visite régulièrement à Annecy malgré la distance et pour les bons souvenirs des JNC20), Soumaya, Orlando, Simon, Leonida, Florian, Jérémy J., Thomas Mu., Thomas Mo., Hai Anh, Khoa, Uzoma, Melissa... Il n'y avait pas que des doctorants au laboratoire, et je remercie donc tout particulièrement Christian (pour nos longues discussions, les bons moments passés et nos sessions running) et Sylvain (pour les sessions jeux et drones le midi), ainsi que les collègues d'Anaxi, en particulier Loïc.

Ces trois années de thèse m'ont également permis de rencontrer d'autres doctorants de différents horizons, comme ceux du LISM à Troyes, que je remercie : El Hadi (un énorme merci pour ton aide sur la fabrication des plaques et ta disponibilité lorsque j'avais besoin d'informations), Khouloud et Abderrezak. Je remercie également les doctorants des autres laboratoires à Annecy, avec qui j'ai pu notamment échanger grâce aux covoiturages pour aller aux formations et aux sorties en ville : Annaïg, Philippe, Hela, Jean R., Alexandre, Camille, Quentin, Matthias, Mathilde...

Enfin, je remercie celles et ceux qui ont toujours été là pour moi et qui m'ont permis d'en arriver là aujourd'hui. Merci Maman et Papa, d'avoir toujours cru en moi, et de m'avoir toujours soutenue et poussée à aller plus loin. Merci Matthieu d'avoir été mon exemple et d'avoir mis la barre très haute pour que je puisse me fixer des objectifs encore plus hauts pour te "battre" ! Merci Anna d'avoir été présente pendant ces 3 années. Merci Papy d'avoir suivi mes 3 ans de thèse et de m'avoir encouragée pour ma soutenance. Un merci tout particulier à Mamie, qui est là depuis le tout début, et qui n'a malheureusement pas pu être là jusqu'à la fin... Enfin, un énorme merci à Greg pour m'avoir supportée, dans les deux sens du terme, durant toute cette période, que ce soit dans les mauvais ou les bons moments.

Pour terminer, je donne une mention spéciale à Céline et Sylvain pour avoir fait le déplacement et avoir assisté à ma soutenance. Merci énormément de m'avoir aidée à préparer ces derniers instants de la thèse et de m'avoir soutenue dans ces moments cruciaux.

\* \*  
\*



# Table des matières

Remerciements . . . . .	i
Table des matières . . . . .	iv
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>1 Comportement mécanique des composites à fibres végétales : aspects généraux</b>	<b>6</b>
1.1 Introduction . . . . .	8
1.2 Les composites à fibres d'origine végétale . . . . .	9
1.2.1 Fibres végétales : généralités, avantages et inconvénients . . . . .	9
1.2.2 La fibre de lin . . . . .	11
1.2.3 Les renforts tissés : fabrication des mèches, twisted ou liant, architecture tissée . . . . .	14
1.2.4 Propriétés et applications des composites à fibres végétales . . . . .	16
1.3 Essais d'impact basse vitesse sur les matériaux composites . . . . .	18
1.3.1 Les différents dispositifs d'essais d'impact . . . . .	18
1.3.2 Les essais d'impact avec la technique de tour de chute . . . . .	19
1.3.3 Endommagements externes et internes des composites soumis à l'impact . . . . .	25
1.3.4 Impact sur des composite à fibres végétales . . . . .	27
1.4 Etude post-impact des matériaux composites . . . . .	31
1.4.1 Traction résiduelle . . . . .	32
1.4.2 Flexion résiduelle . . . . .	35
1.4.3 Fatigue résiduelle . . . . .	38
1.5 Utilisation de la corrélation d'images numériques et de l'imagerie rapide dans le cadre de l'étude de matériaux composites . . . . .	39
1.5.1 Dans l'étude des matériaux composites à fibres synthétiques . . . . .	39
1.5.2 Dans l'étude des matériaux composites à fibres végétales . . . . .	43
1.6 Vieillessement hydrique des composites à fibres végétales . . . . .	46
1.6.1 Comportement des matrices . . . . .	46
1.6.2 Comportement des fibres . . . . .	47
1.6.3 Comportement des composites . . . . .	48
1.7 Vieillessement naturel des composites à fibres végétales . . . . .	51
1.8 Positionnement des travaux . . . . .	53
1.8.1 Scénario 1 . . . . .	53
1.8.2 Scénario 2 . . . . .	54
1.8.3 Scénario 3 . . . . .	55
1.8.4 Scénario 4 . . . . .	55
1.8.5 Présentation des scénarios dans le manuscrit . . . . .	56
1.9 Conclusion . . . . .	56

<b>2</b>	<b>Matériaux, élaboration, techniques expérimentales et effets des vieillissements hydrique et naturel</b>	<b>58</b>
2.1	Introduction	59
2.2	Elaboration des matériaux	59
2.2.1	Résine	59
2.2.2	Renforts	60
2.2.3	Mise en œuvre des composites	62
2.3	Corrélation d'images numériques visibles	64
2.3.1	Matériel d'imagerie	64
2.3.2	Digital Image Correlation (DIC)	65
2.3.3	Stereo-Image Correlation (SIC)	68
2.4	Moyens de caractérisation	70
2.4.1	Essais de traction	71
2.4.2	Essais d'impact	73
2.4.3	Essais de flexion 3 points	77
2.5	Prise en compte du vieillissement	79
2.5.1	Vieillissement par immersion dans l'eau	80
2.5.2	Vieillissement naturel	86
2.6	Conclusion	89
<b>3</b>	<b>Comportement à l'impact des matériaux composites à fibres de lin</b>	<b>91</b>
3.1	Introduction	92
3.2	Détermination des énergies de premier endommagement visible et de perforation des échantillons	92
3.3	Impact sur des matériaux sains (scénario 1)	93
3.3.1	Analyse standard de l'impact	94
3.3.2	Détection des endommagements causés lors de l'impact à l'aide de l'imagerie rapide	103
3.3.3	Analyse par stéréo-corrélation d'images de l'impact	106
3.3.4	Impact sur des composites verre/epoxy sains	117
3.4	Impact sur des matériaux vieillis	119
3.4.1	Vieillissement par immersion dans l'eau (scénario 3)	119
3.4.2	Vieillissement naturel (scénario 4)	123
3.5	Comparaison des résultats des différents scénarios	125
3.5.1	Résultats de l'analyse standard	125
3.5.2	Résultats de l'analyse par stéréo-corrélation d'images	128
3.6	Conclusion	131
<b>4</b>	<b>Caractérisation du comportement mécanique pré et post-impact</b>	<b>133</b>
4.1	Introduction	134
4.2	Caractérisation sans ou avant impact	134
4.2.1	Essais de traction	134
4.2.2	Flexion 3 points quasi-statique	144
4.2.3	Fatigue en flexion 3 points	146
4.3	Caractérisation post-impact	148
4.3.1	Flexion après impact	148
4.3.2	Etude du comportement en fatigue	156
4.4	Conclusion	158
	<b>Conclusion et perspectives</b>	<b>160</b>



<b>Bibliographie</b>	<b>I</b>
<b>Table des figures</b>	<b>XVI</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>XXIV</b>
<b>A Annexe A : Labellisation des échantillons</b>	<b>XXVII</b>



# Introduction générale

## Contexte de l'étude

*L*e projet de cette thèse, nommé BIOIMPACT, s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire SYMME (SYstèmes et Matériaux pour la MEcatronique) de l'Université Savoie Mont-Blanc (USMB) et le laboratoire LISM (Laboratoire d'Ingénierie et Sciences des Matériaux) de l'Université de Reims Champagne-Ardenne (URCA). Les deux laboratoires se sont réunis afin de mettre en commun leurs compétences dans des domaines complémentaires : l'élaboration et la mise en œuvre de matériaux composites, la caractérisation mécanique et physico-chimique, le développement d'essais mécaniques couplés à des mesures de champs notamment cinématiques, l'identification de paramètres matériaux par méthode inverse, l'instrumentation... L'objectif de cette union est d'être en mesure d'étudier le comportement à l'impact et en post-impact de composites à renforts tissés à base de fibres de lin.

Depuis une dizaine d'années, les matériaux composites à fibres végétales sont de plus en plus utilisés pour des applications dans des secteurs tels que le bâtiment, l'automobile, les sports et loisirs... Destinés initialement à des applications non structurelles, leurs propriétés spécifiques (rapportées à leur densité) amènent les chercheurs et ingénieurs à suggérer leur utilisation de plus en plus dans le cadre d'un usage semi-structurel voire structurel. Les fibres végétales, telles que le chanvre et le lin qui sont produites industriellement en France, présentent des avantages conséquents par rapport aux fibres habituelles, généralement synthétiques, telles que la fibre de verre. En effet, ce sont des ressources renouvelables, biodégradables, qui ne demandent pas d'irrigation et qui nécessitent moins d'énergie pour être fabriquées. Les émissions de polluants sont donc moindres avec ces matériaux. Outre un bilan environnemental de leurs cultures très positif, leurs fibres sont moins denses que les fibres synthétiques, permettant des économies de poids pouvant s'avérer intéressantes. A titre d'exemple, dans le secteur des sports et loisirs, ces matériaux sont actuellement utilisés pour fabriquer des raquettes, cannes à pêche, cadres de vélo ou des casques haut de gamme. La démocratisation de ces matériaux pourra continuer si leurs capacités de résistance à diverses sollicitations telles que des chocs ou des impacts sont avérées. Le bassin Annécien est considéré comme l'un des pôles de l'industrie du sport en tant que "Capitale Européenne des Sports Outdoor", et de tels matériaux pourraient intéresser des entreprises de la région leaders dans cette industrie telles que SALOMON ( pour des applications dans le ski) ou VEGA (pour la fabrication d'avions). Grâce à des ressources à valoriser, la Champagne-Ardenne a quant à elle l'ambition d'être clairement identifiée dans le domaine de la valorisation des agro-ressources et des matériaux (bio-sourcés). La présence sur son territoire d'acteurs structurants en amont comme en aval (comme les pôles de compétitivité Industries & Agro-Ressources et Matériaux, La Chanvrière de l'Aube, Fibres Recherche Développement...) sont des atouts indéniables au développement de filières agro-ressources et agro-matériaux.

L'objectif du travail présenté ici est de comprendre le comportement d'un composite à base de fibres de lin à différentes étapes de son cycle de vie durant un impact et d'avoir de meilleures

connaissances concernant son comportement post-impact et ses propriétés résiduelles. En effet, évaluer la capacité résiduelle de résistance d'une pièce ou structure en service est nécessaire puisque des impacts à faible vitesse et les endommagements provoqués sont inévitables et souvent indétectables à l'œil nu, alors qu'ils peuvent entraîner des modifications du comportement mécanique. Les problématiques de recherche développées autour de différents scénarios pouvant se produire dans le cadre d'une utilisation réelle se veulent être destinés à des applications relevant du domaine des sports et loisirs. Ces scénarios tournent autour de l'impact basse vitesse et diverses sollicitations telles que de la fatigue ou des vieillissements (hydrique ou naturel). L'approche se veut orientée vers l'étude du couplage entre le vieillissement du matériau, son niveau de fatigue et les conséquences engendrées par l'impact. Ces scénarios seront présentés plus en détails à la fin du chapitre 1 où le positionnement des travaux de cette thèse est abordé.

## Plan de la thèse

Le mémoire s'articule autour de 4 chapitres :

Le chapitre 1 présente une revue **bibliographique** et répertorie de manière non exhaustive les différentes études déjà réalisées concernant le comportement mécanique des matériaux composites à fibres végétales, et en particulier à fibres de lin. Les propriétés de ces matériaux sont ainsi abordées. Le travail de cette thèse s'articule notamment autour du comportement de ces matériaux en impact, c'est pourquoi cette partie sera longuement traitée dans l'état de l'art, complétée par les analyses post-impact. Ces informations permettront ensuite de déterminer le **positionnement des travaux** de cette thèse, discuté dans le dernier paragraphe du chapitre 1, qui s'oriente autour de 4 **scénarios**.

La description et le **procédé de fabrication** des matériaux ainsi que les techniques expérimentales utilisées dans le cadre de cette étude sont exposés dans le chapitre 2. Celui-ci est consacré dans un premier temps aux constituants des composites (résine époxy, renfort tissé de type sergé à fibres de lin et celui à fibres de verre) utilisés pour la fabrication par le procédé d'infusion sous vide des différents composites stratifiés. Dans un second temps, les différents moyens expérimentaux mis en œuvre pour caractériser les matériaux sont décrits. Plus précisément, cela concerne les essais de **traction**, d'**impact** (comprenant la tour de chute développée en amont du projet), de **flexion** et de **fatigue**. Les méthodes d'analyse d'images numériques visibles prises au cours de ces essais reposant sur les techniques de **corrélation et stéréo-corrélation d'images numériques** (DIC et SIC) sont détaillées. Le dernier paragraphe concerne les vieillissements **hydrique et naturel** des matériaux, avec la méthodologie utilisée et les caractéristiques des vieillissements, comme par exemple les paramètres de diffusion.

Le chapitre 3 porte sur le comportement du matériau durant les essais d'**impact basse vitesse**. Les énergies de **premier endommagement visible** et de **perforation** sont déterminées pour les échantillons lin/époxy constitués de 4, 6 et 8 plis. Le comportement des échantillons sains en fonction de l'énergie d'impact est ensuite étudié à l'aide de plusieurs techniques d'analyse. L'instrumentation de la tour de chute utilisée pour les essais d'impact permet de réaliser une **analyse standard** de l'impact en déterminant notamment les **courbes force/déflexion** de chacun des impacts. D'autre part, l'utilisation de **caméras rapides** permet d'étudier plus finement le comportement des matériaux au cours de l'impact. Cette dernière approche permet notamment d'avoir un suivi de la fissuration, en particulier à déflexion maximale. Le dispositif expérimental a été spécia-

lement conçu afin de pouvoir mettre en œuvre une analyse par **stéréo-corrélation d'images**. Des impacts sont par ailleurs réalisés sur des matériaux ayant préalablement été vieillis (**vieillissement hydrique ou naturel**), et la comparaison du comportement des matériaux vieillis à l'impact avec les matériaux sains fait l'objet du dernier paragraphe de ce chapitre.

Le chapitre 4 concerne la caractérisation des **propriétés mécaniques** des composites **pré** ou **post-impact**. Ainsi, différents essais de **traction**, de **flexion 3 points** et de **fatigue** sont réalisés sur les échantillons sains, permettant d'avoir des valeurs de référence. Tous les échantillons impactés (sans vieillissement ou fatigue, et avec fatigue ou vieillissement préalable) sont ensuite caractérisés. Pour cela, des essais de flexion 3 points quasi-statiques sont menés sur tous les échantillons, et un lot de ces échantillons est également testé en fatigue post-impact, permettant de déterminer les propriétés résiduelles des matériaux.

Pour clore ce manuscrit de thèse, les divers et principaux résultats obtenus dans ces travaux sont repris pour constituer les conclusions générales et exposer des perspectives en lien avec ces travaux.

\* \*  
\*

## Communications et publications scientifiques

En plus de ce mémoire de thèse, ces travaux ont conduit aux publications et communications suivantes :

**A. CUYNET, D. SCIDA, E. ROUX, F. TOUSSAINT, R. AYAD, M. LAGACHE, (2018)** *Damage characterisation of flax fibre fabric reinforced epoxy composites during low velocity impacts using high-speed imaging and Stereo Image Correlation*, Composite Structures 202 1186-1194.

**A. CUYNET, F. TOUSSAINT, E. ROUX, M. LAGACHE, D. SCIDA, R. AYAD, (2017)** *Etude du comportement à l'impact et en post impact d'agro-composites renforcés de fibres de lin*, JNC20 - 20<sup>èmes</sup> Journées Nationales sur les Composites, Champs-sur-Marne, FRANCE ; 28 - 30 Juin 2017.

**A. CUYNET, F. TOUSSAINT, E. ROUX, D. SCIDA, R. AYAD, (2016)** *Apport des mesures de champ dans l'étude de composites renforcés en fibres de lin au cours d'essais de traction quasi-statiques*, 1<sup>ère</sup> Conférence EuroMaghrébine des BioComposites, Marrakech, MAROC ; 28-29 Mars 2016.

**A. CUYNET, F. TOUSSAINT, E. ROUX, M. LAGACHE, D. SCIDA, R. AYAD, (2017)** *Characterization of the mechanical behavior of flax fiber fabric reinforced epoxy composites during a low velocity impact test using Stereo Image Correlation (SIC) analysis*, ICCS20 - 20th International Conference on Composite Structures, Paris, FRANCE ; 4-7 September 2017.

**F. TOUSSAINT, A. CUYNET, E. ROUX, D. SCIDA, R. AYAD, M. LAGACHE, (2016)** *Identification of the mechanical properties of composite materials reinforced with flax-fibres with finite element model updating and image analysis*, ECCOMAS Congress 2016, Crete Island, GREECE ; 5-10 June 2016.

\* \*  
\*





# Comportement mécanique des composites à fibres végétales : aspects généraux

## Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>8</b>
<b>1.2</b>	<b>Les composites à fibres d'origine végétale</b>	<b>9</b>
1.2.1	Fibres végétales : généralités, avantages et inconvénients	9
1.2.2	La fibre de lin	11
1.2.3	Les renforts tissés : fabrication des mèches, twisted ou liant, architecture tissée	14
1.2.4	Propriétés et applications des composites à fibres végétales	16
<b>1.3</b>	<b>Essais d'impact basse vitesse sur les matériaux composites</b>	<b>18</b>
1.3.1	Les différents dispositifs d'essais d'impact	18
1.3.2	Les essais d'impact avec la technique de tour de chute	19
1.3.3	Endommagements externes et internes des composites soumis à l'impact	25
1.3.4	Impact sur des composite à fibres végétales	27
<b>1.4</b>	<b>Etude post-impact des matériaux composites</b>	<b>31</b>
1.4.1	Traction résiduelle	32
1.4.2	Flexion résiduelle	35
1.4.3	Fatigue résiduelle	38
<b>1.5</b>	<b>Utilisation de la corrélation d'images numériques et de l'imagerie rapide dans le cadre de l'étude de matériaux composites</b>	<b>39</b>
1.5.1	Dans l'étude des matériaux composites à fibres synthétiques	39
1.5.2	Dans l'étude des matériaux composites à fibres végétales	43
<b>1.6</b>	<b>Viellissement hydrique des composites à fibres végétales</b>	<b>46</b>
1.6.1	Comportement des matrices	46
1.6.2	Comportement des fibres	47
1.6.3	Comportement des composites	48
<b>1.7</b>	<b>Viellissement naturel des composites à fibres végétales</b>	<b>51</b>
<b>1.8</b>	<b>Positionnement des travaux</b>	<b>53</b>
1.8.1	Scénario 1	53
1.8.2	Scénario 2	54
1.8.3	Scénario 3	55



---

1.8.4	Scénario 4 . . . . .	55
1.8.5	Présentation des scénarios dans le manuscrit . . . . .	56
<b>1.9</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>56</b>

---

## 1.1 Introduction

Un matériau composite est un "matériau formé de plusieurs composants élémentaires dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants pris séparément ne possède"<sup>1</sup>. En général, c'est une association de deux constituants, le renfort (sous forme de fibres) et la matrice (à base de résine). Il est utilisé en raison de ses caractéristiques spécifiques particulièrement intéressantes : en effet, le renfort, de meilleure résistance et rigidité que la matrice, permet la tenue mécanique du matériau. La matrice permet quant à elle le maintien en place du renfort et donc de sa disposition géométrique et assure le transfert des efforts appliqués sur le matériau. Il possède également l'avantage de permettre une grande liberté en termes de fabrication.

Il en existe différentes sortes, dépendant des types de renfort et de matrice utilisés lors de la fabrication. Leur utilisation est en constante expansion, grâce à leur légèreté notamment, qui est un avantage de taille pour les composites hautes performances face aux matériaux métalliques par exemple. Les renforts majoritairement utilisés actuellement sont en fibre synthétique, mais les renforts naturels, et en particulier à fibres végétales, apparaissent de plus en plus sur le marché des composites. Ces derniers sont une alternative particulièrement intéressante puisque, contrairement à la plupart des fibres synthétiques, ils sont généralement biodégradables et recyclables. En général, le choix de ce type de matériaux a pour origine la volonté de valoriser une ressource locale dans les pays peu industrialisés, ou alors de développer des matériaux et technologies ayant un impact réduit sur l'environnement de manière plus générale. Les fibres végétales sélectionnées ont déjà un rôle structurel dans la nature, ce qui leur confère des propriétés mécaniques intéressantes et ces dernières sont également facilement disponibles. Les biocomposites sont par conséquent amenés à se développer dans des secteurs variés à condition d'avoir un développement des connaissances les concernant et selon les législations qui vont de plus en plus vers des matériaux à faible impact environnemental. Parmi les fibres naturelles, les fibres de lin sont très utilisées en raison de leur disponibilité et de leurs bonnes performances. De nombreuses études sur l'utilisation de la fibre de lin en tant que renfort dans des composites existent déjà [1, 2].

Les matériaux composites sont très sensibles aux endommagements provenant d'impacts, et par conséquent, l'étude de leur comportement dans ces situations s'avère très important. Même un impact à faible vitesse et faible énergie peut causer de sérieuses altérations des propriétés mécaniques du matériau. Cela peut causer du délaminage et des endommagements qui ne sont pas toujours visibles en surface (endommagements internes). Il est donc crucial d'analyser l'influence d'un impact basse vitesse sur ce type de matériaux, en étudiant l'impact en lui-même, ainsi que le comportement du matériau en post-impact. Enfin, les composites biosourcés sont particulièrement sensibles à l'humidité, et il est nécessaire de déterminer les propriétés résiduelles de ces matériaux après avoir été soumis à ce type de vieillissement, et notamment à l'impact.

Le sujet de ce travail de thèse se positionne sur la caractérisation à l'impact des composites à base de fibres de lin et d'une résine epoxy. L'analyse bibliographique se focalisera donc en premier lieu sur les fibres végétales et leur origine, et plus précisément sur les caractéristiques de la fibre de lin. Le comportement des matériaux composites à fibres végétales sera ensuite abordé avant de passer à l'étude du comportement des matériaux composites à l'impact, puis en post-impact. Un paragraphe sera dédié aussi à l'utilisation de la technique de corrélation d'images numériques dans le cadre de l'étude de matériaux composites, puisque c'est une technique que nous avons beaucoup utilisée dans les travaux présentés dans ce manuscrit. Enfin, une partie concernant le

---

1. Définition du dictionnaire Larousse - 2018

vieillesse des composites sera présentée, avant de terminer sur une partie indiquant plus en détails le positionnement des travaux de cette thèse.

## 1.2 Les composites à fibres d'origine végétale

### 1.2.1 Fibres végétales : généralités, avantages et inconvénients

Il existe trois différents types de fibres naturelles :

- les fibres végétales (cellulosiques)
  - les fibres animales (protéiniques)
  - les fibres minérales (par exemple l'amiante)
- } Fibres organiques

Il est possible de trouver de nombreuses variétés de fibres naturelles, mais elles n'ont pas toutes des propriétés mécaniques suffisantes pour être utilisées dans les composites structuraux. En général, les fibres éligibles à cet usage ont déjà un rôle structurel dans la nature. En plus de leur grande disponibilité et de leur faible masse volumique, c'est principalement pour cette raison que les fibres végétales sont les plus utilisées dans les composites. Les soies animales sont également intéressantes car elles présentent un allongement à rupture très important et absorbent l'énergie mécanique de manière inégalée dans le monde des fibres synthétiques et naturelles [3]. Elles restent toutefois assez rares et il n'en sera plus fait mention dans la suite de ce document.

Il existe plusieurs catégories de fibres végétales [4] : les fibres libériennes, les fibres de feuilles et les fibres de graines et enveloppes de fruits. Quelques exemples sont donnés dans le tableau 1.1.

Catégorie de fibres	Exemples
Fibres libériennes	Lin / Chanvre / Jute / Ortie
Fibres de feuilles	Sisal / Abaca
Fibres de graines et enveloppes de fruits	Coton / Fibre de coco

Tableau 1.1 – Les différentes catégories de fibres végétales

Les fibres végétales sont déjà des composites en elles-mêmes puisqu'elles sont constituées d'un empilement d'une paroi primaire  $P$  et d'une paroi secondaire  $S$ , elle-même constituée de trois couches  $S1$ ,  $S2$  et  $S3$ , ainsi que d'une cavité centrale appelée lumen. Cette structure est illustrée dans la figure 1.1, représentant la microstructure d'une fibre élémentaire de lin ou de chanvre. Dans le cas du lin, le diamètre de la fibre élémentaire est d'environ  $20 \mu\text{m}$ . La paroi primaire est située à l'extérieur de la fibre. Sa composition est faible en cellulose (entre 8 et 14% en proportion massique). Elle a un comportement très élastique. La paroi secondaire, en revanche, est constituée de beaucoup plus de cellulose. La couche  $S2$  a l'épaisseur la plus importante et a donc le plus d'influence sur le comportement mécanique de la fibre. La cellulose apparaît sous la forme de fibrilles parallèles entre elles qui forment un angle  $\theta$  avec l'axe longitudinal de la fibre. Cet angle est appelé angle microfibrillaire. Sa détermination permet d'avoir une première estimation des propriétés mécaniques de la fibre. Plus l'angle est petit (c'est-à-dire que les fibrilles sont presque

dans l'axe de la fibre), plus la fibre est rigide et résistante [5, 6], tandis que plus l'angle est élevé, plus l'allongement à rupture est important [6].

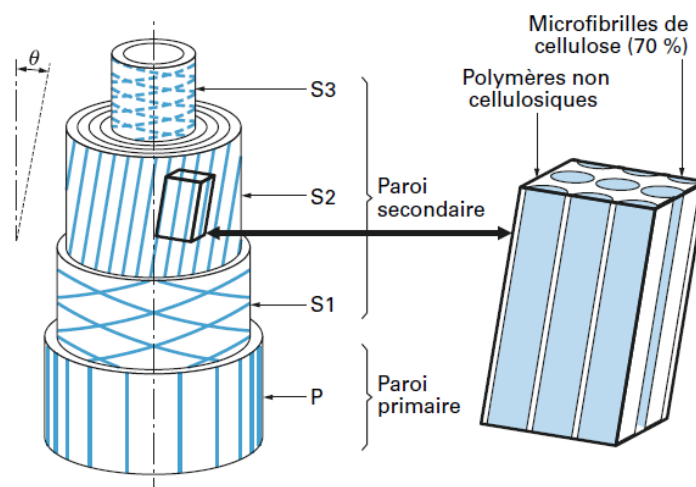


Figure 1.1 – Microstructure d'une fibre élémentaire (lin ou chanvre) [3]

### 1.2.1.1 Avantages des fibres végétales

Les fibres végétales peuvent se montrer très avantageuses en raison de nombreux critères. En effet, ce sont des ressources renouvelables, biodégradables et moins onéreuses pour ce qui est de la production, en comparaison avec les fibres de verre. Elles ont également de bonnes propriétés thermiques et acoustiques [7, 8] et leur utilisation a moins d'impact sur la santé que celle des fibres de verre [9]. Enfin, la faible masse volumique des fibres végétales leur confère des propriétés mécaniques spécifiques élevées (une propriété spécifique étant le ratio entre la propriété du matériau et sa masse volumique).

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, celles-ci sont dépendantes de l'origine des fibres. Les fibres libériennes sont généralement celles qui ont les meilleures propriétés, avec un module d'Young longitudinal variant de 25 à 100 GPa, tandis que celui des feuilles se situe entre 6 et 42 GPa, et celui des graines entre 3 et 13 GPa [10]. Comme on peut le voir dans le tableau 1.2, les fibres libériennes sont en mesure de rivaliser avec les fibres de verre en termes de modules spécifiques. Il est néanmoins difficile d'atteindre une valeur de résistance mécanique comparable à celle des fibres de verre.

### 1.2.1.2 Inconvénients des fibres végétales

Malheureusement, les fibres végétales présentent aussi quelques inconvénients. La température de mise en forme de ces matériaux est limitée ; en effet, une température trop élevée pourrait endommager les fibres [7]. Cela limite donc le type de matrice que l'on peut utiliser pour les composites. Des études donnent par exemple une limite située entre 170 et 200°C pour le lin [11, 12]. De plus, les fibres végétales sont hydrophiles et peuvent donc absorber de l'eau en grande quantité. Cela peut causer un gonflement des parois cellulaires [8] et l'humidité peut créer des moisissures [7].

Un autre paramètre important est la dispersion des propriétés, que ce soit en termes de rigidité ou de résistance mécanique. Cette dispersion est principalement causée par la difficulté à estimer de manière exacte les dimensions de la section transversale puisqu'elle varie sur toute la longueur

de la fibre [13]. De plus, l'origine naturelle de ce type de fibres fait que leurs propriétés sont assez variables. La variété de la plante, la densité de la plantation, la qualité de la terre, le climat, l'exposition au soleil, la fertilisation et la période de récolte sont autant de paramètres qui peuvent entrer en compte [7]. L'influence de l'apport en eau durant la croissance sur les propriétés mécaniques des fibres de chanvre est également démontré [14]. Cependant, une étude récente conduite sur 50 lots de fibres de lin cultivées en France [15] montre que les valeurs du module d'Young longitudinal des fibres varient entre 43,9 et 61,1 GPa, avec une valeur moyenne de  $52,5 \pm 8,6$  GPa. En ce qui concerne la résistance et l'allongement à rupture, les valeurs moyennes sont de  $945 \pm 200$  MPa et  $2,07 \pm 0,45$  % respectivement. Malgré cette dispersion, les fibres de lin possèdent des propriétés mécaniques spécifiques similaires voire supérieures à celles des fibres de verre, grâce à leur faible masse volumique [16]. A noter que les fibres de verre montrent également une dispersion significative, en particulier dans le cas de la résistance à la traction [17, 18]. La reproductibilité des propriétés mécaniques des fibres de lin d'une année à l'autre a été étudiée par Lefeuvre et al. [16]. Les essais ont été réalisés sur des fibres de lin de variété Marilyn cultivées dans la même zone géographique, et malgré des conditions météorologiques différentes, les propriétés mécaniques n'ont statistiquement pas montré de dispersions significatives. En revanche, la position de la fibre dans la tige a une influence sur les propriétés mécaniques de la fibre [19]. Les fibres les plus rigides et résistantes se situent au milieu de la tige, là où la cellulose est la plus présente au travers des différentes étapes de croissance de la plante. En effet, les premières fibres qui apparaissent lors de la croissance sont situées à la base de la tige, mais les fibres du milieu, qui apparaissent un peu plus tard, ont une croissance optimale grâce à de meilleures conditions météorologiques. Elles sont aussi avantagées par rapport à celles du haut, qui n'ont pas eu suffisamment de temps pour se développer complètement. Par conséquent, les fibres du milieu présentent à la fois le plus grand diamètre et le plus haut taux de remplissage en cellulose. A terme, le choix de la zone de sélection des fibres dans la tige et des conditions de rouissage (paragraphe 1.2.2.1) pourrait être un moyen complémentaire de sélectionner des fibres pour les composites hautes performances.

### 1.2.1.3 Propriétés mécaniques des fibres végétales

Les propriétés mécaniques des fibres végétales les plus courantes sont répertoriées dans le tableau 1.2, avec celles de la fibre de verre à titre de comparaison. Elles ne sont pas toutes équivalentes et sont particulièrement dépendantes de la nature et l'origine des fibres. La méthode de mesure de la section transversale et le fait que l'on considère soit des fibres élémentaires, soit des faisceaux de fibres ont également une influence sur les résultats. Comme on peut le voir assez facilement dans le tableau, les fibres libériennes sont très supérieures aux fibres de feuilles avec des modules de Young variant entre 25 et 100 GPa pour les fibres de lin, chanvre et jute, alors que celles des fibres de feuilles sont entre 6 et 42 GPa. Enfin, les fibres de graines ont encore des propriétés mécaniques beaucoup plus faibles avec un module atteignant à peine 13 GPa dans le meilleur des cas. Si on compare les propriétés mécaniques des fibres libériennes, et notamment des fibres de lin avec celles des fibres de verre, on constate que le lin est capable de rivaliser avec le verre, notamment grâce à sa densité beaucoup plus faible (2.5 pour le verre et entre 1.45 et 1.55 pour le lin), qui lui donne donc des propriétés mécaniques spécifiques similaires.

## 1.2.2 La fibre de lin

### 1.2.2.1 Origine, culture et extraction du lin

Le lin fait partie de la famille des linacées (la variété cultivée est le *Linum Usitatissimum*). La tige de cette plante annuelle peut atteindre de 0,60 à 1,20 m de hauteur pour un diamètre de 1 à 3 mm. Le lin textile est une culture septentrionale. Les climats permettant son développement doivent être tempérés et humides. En Europe, on le trouve en Russie, en Pologne, en Belgique et en France (principalement en Normandie et dans le Nord de la France), comme montré sur la

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

Tableau 1.2 – Comparaison des propriétés mécaniques de différentes fibres végétales et de la fibre de verre [10]

figure 1.2. La France est d'ailleurs le leader mondial au niveau de la production de fibre de lin teillé, avec une implantation d'environ 75 000 ha en moyenne sur la période 2001-2008 [20].

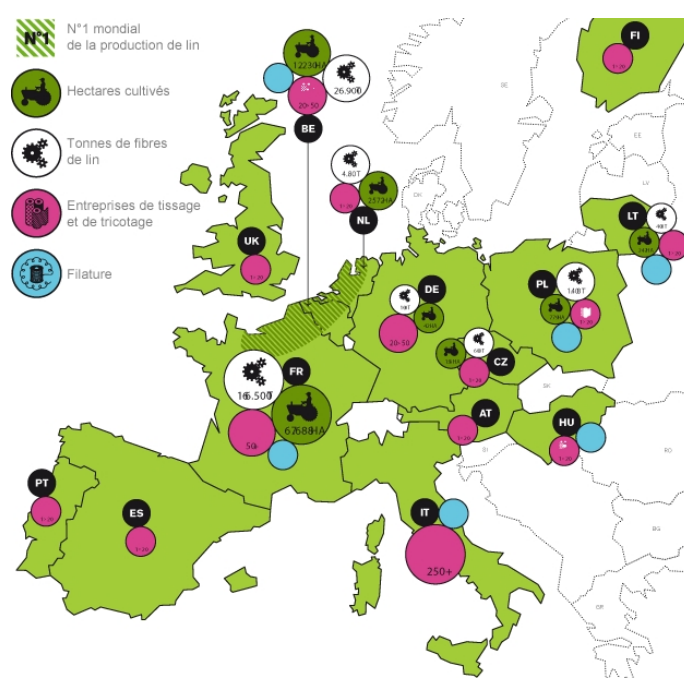


Figure 1.2 – Production du lin en Europe [21]

Sa culture est délicate et assez rapide puisqu'elle ne nécessite que 100 à 120 jours de végétation. Les fibres atteignent leur longueur maximale à la floraison. Le lin est arraché environ 5 semaines après, lorsqu'il atteint la maturité, et l'extraction des fibres à partir des tiges peut débuter. On récupère les fibres situées à l'extérieur de la tige, sous forme de faisceaux, qui constituent la fibre technique. Cela requiert trois opérations :

- Le rouissage : Il consiste à sécher le lin déposé sur le sol en andains (des nappes de lin ayant une largeur de 1 m), la plante étant soumise aux différentes conditions climatiques telles que le vent, la pluie et le soleil. Les micro-organismes et les bactéries présentes sur le sol agissent sur la plante et permettent l'hydrolyse des pectines, ce qui lie les fibres à la partie ligneuse de la plante.
- Le teillage : C'est la première transformation de la paille de lin après rouissage. Elle permet de séparer les fibres du bois de la plante. Durant le teillage, les graines de lin sont récupérées, puis la tige est battue mécaniquement afin de retirer le bois. Les morceaux de bois récupérés sont appelés les "anas". On obtient deux types de fibres : les fibres longues (le long brin ou filasse) et les fibres courtes (les étoupes). Les fibres auxquelles on s'intéressera par la suite seront uniquement les fibres longues.
- Le peignage : Il consiste à démêler les fibres [3]. Il permet de paralléliser, calibrer et étirer la fibre sous forme de rubans doux et lustrés qui sont ensuite prêts à être filés.

### 1.2.2.2 Composition chimique de la fibre de lin

D'une fibre à l'autre, la composition chimique de la fibre de lin reste sensiblement la même, malgré quelques variations (tableau 1.3).

Chaque constituant de la fibre a un rôle bien particulier. Ces rôles sont détaillés ci-dessous [27,28] :

Cellulose (%)	Hémi-cellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)	Références
64.1	16.7	1.8	2.0	[22]
67	11	-	2.0	[23]
73.8	13.7	-	2.9	[24]
65	-	-	2.5	[25]
62-72	18.6-20.6	2.3	2-5	[7]
71-75	18.6-20.6	2.2	2.2	[26]

Tableau 1.3 – Composition chimique des fibres de lin [1]

- La cellulose est une macromolécule dont le motif de répétition est la cellobiose. Les chaînes sont liées entre elles à l'aide de liaisons hydrogènes. Chaque microfibrille est constituée de 30 à 100 chaînes de cellulose qui s'agglomèrent et créent des macro-fibrilles. L'agencement de sa structure cristalline lui confère une rigidité importante ainsi qu'un module d'élasticité élevé.
- L'hémicellulose est un regroupement de polysaccharides hydrophiles, qui sont en partie responsables de la prise d'eau de la fibre. Ils assurent le transfert de charge entre les microfibrilles de cellulose et la matrice de pectines. Les molécules d'hémicellulose ont des propriétés élastiques faibles.
- Les pectines sont des polysaccharides amorphes (ou hétéropolysaccharides). Ils forment une matrice regroupant les microfibrilles de cellulose et les hémicelluloses. Ces constituants favorisent la présence d'eau et apportent ainsi une plus grande plasticité aux parois des fibres.
- Les lignines sont des polymères hydrophobes. Leurs propriétés mécaniques sont variables, selon le taux d'humidité et la température. Il est important que le taux de lignines reste faible dans la fibre de lin car ils rendent l'extraction des fibres plus difficile.
- L'eau est absorbée à cause de la présence des pectines. Cela crée un gonflement de l'espace inter-fibrillaire. L'eau provoque également une perte de rigidité, tandis qu'elle augmente l'allongement à rupture [29].

### 1.2.3 Les renforts tissés : fabrication des mèches, twisted ou liant, architecture tissée

#### 1.2.3.1 Des fibres courtes aux fibres longues

En raison de leur origine naturelle, les fibres végétales sont courtes et discontinues. En effet, elles sont extraites de la tige de la plante, ce qui limite leur longueur. Cette longueur varie considérablement selon les espèces. Dans le cas du lin, les fibres sont relativement longues à cause de leur fonction structurale et font partie des plus longues fibres que l'on peut trouver dans les plantes (entre 10 et 65 mm) [30, 31]. Les fibres peuvent être directement utilisées dans cet état pour fabriquer des composites à base de fibres courtes, mais dans ces conditions, les fibres sont orientées aléatoirement dans le composite et il en résulte des propriétés mécaniques moyennes. Elles ne peuvent pas être utilisées dans des applications structurales. Les options conduisant aux meilleures performances sont l'utilisation des fibres en tant que renforts unidirectionnels (UD) ou en renforts tissés. Pour pouvoir obtenir ce type de renforts, il est nécessaire de créer en amont des fibres longues en les assemblant entre elles.



Des performances intéressantes peuvent déjà être atteintes en utilisant des préformes spécifiques de lin UD [32, 33]. Une des autres solutions pour améliorer les propriétés mécaniques est d'obtenir en premier un bon alignement des fibres puis de fabriquer de longues mèches afin de pouvoir les tisser en tissus quasi-unidirectionnels (quasi-UD) ou tissus 2D. Les techniques de filature, principalement le filage à anneaux (ring spinning) et l'enroulage (wrap spinning), permettent de fabriquer des fils torsadés (twisted) ou enroulés (wrap) à partir de fibres courtes.

Dans un fil torsadé, les fibres sont maintenues entre elles grâce au frottement entre les fibres provenant de l'orientation hélicoïdale des fibres à la suite de la filature. Dans ces conditions, les fibres ne sont pas parfaitement alignées entre elles et il faut considérer les angles de torsion  $\theta$  des fibres. Dans un fil, l'angle de torsion commence à zéro au centre du fil puis augmente progressivement au fur et à mesure qu'on s'approche de la périphérie du fil où l'angle est le plus élevé. On considère donc dans les différentes études s'intéressant à ce paramètre l'angle de torsion moyen  $\theta_{moy}$ . En 2006, Goutianos et al. [34] ont étudié l'utilisation de fils torsadés dans des renforts à base de fibres de lin dans des matériaux composites et déterminé l'influence de cet angle sur les propriétés mécaniques. Un compromis doit être trouvé entre une valeur de l'angle  $\theta_{moy}$  suffisamment élevée pour permettre la mise en place des procédés textiles, et une valeur assez faible pour garder de bonnes propriétés mécaniques en limitant l'effet négatif d'un mauvais alignement des fibres dans le composite. Une autre étude de Scida et al. [35] montre que la modification de cet angle de torsion a une influence significative sur les coefficients élastiques des composites utilisant de tels renforts. En effet, l'augmentation de  $\theta_{moy}$  entraîne une baisse de  $E_x$  et  $\nu_{xz}$ , une augmentation de  $G_{xy}$  et  $\nu_{xy}$  et a un impact limité sur  $E_z$  et  $G_{xz}$ .

L'utilisation de la technique d'enroulage permet de fabriquer des fils sans torsion. Cette technique consiste à avoir un noyau de fibres discontinues enveloppées par un filament fin auto-torsadé. Zhang et Miao [36] ont étudié l'influence de ces fils (enroulés avec un filament en polypropylène) sur les propriétés mécaniques des composites thermoplastiques. Ils en ont conclu qu'une orientation améliorée de la structure du fil par cette technique conduisait à une amélioration du module de flexion par rapport à ce qu'on peut obtenir avec un fil torsadé.

Enfin, des fils non torsadés peuvent aussi être utilisés pour produire des tissés. Les composites manufacturés de cette façon surpassent largement les composites renforcés avec des fils torsadés en termes de propriétés mécaniques. Ce type de fil est un assemblage de fibres ou groupes de fibres qui sont légèrement enchevêtrés et presque alignés le long de l'axe longitudinal du fil. La cohésion globale des fibres peut être garantie par différents moyens, comme l'utilisation d'un liant naturel [37] ou d'un filament en polyester enroulé hélicoïdalement autour des fibres [38].

### 1.2.3.2 Différentes architectures tissées

Les architectures de tissus pouvant être utilisées dans les matériaux composites sont variées. Pour des applications structurales, ou éventuellement semi-structurales, les meilleures options sont l'utilisation de renforts UD, quasi-UD ou de renforts tissés. Dans les armures tissées, des fils créés à partir de fibres (comme expliqué ci-dessus) sont utilisés. L'armure, dans la terminologie du tissage du textile, est le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et des fils de trame. La figure 1.3 donne des exemples d'architecture de renforts tissés concernant les trois armures principales : taffetas (ou toile), sergé et satin. Lors du tissage, la mèche de trame, traversant le métier à tisser, passe soit au-dessus, soit en-dessous de la mèche de chaîne. Plusieurs configurations sont possibles, et cela va affecter les propriétés du tissu. Par exemple, un satin sera moins rigide en cisaillement qu'un taffetas ou un sergé [39]. Il est montré que les propriétés mécaniques des UD sont très élevées dans la direction des fibres [40, 41], et meilleures que celles des tissés dans cette même direction, mais sont faibles dans la direction transverse. Par exemple, un composite avec

un renfort UD lin/epoxy avec un taux volumique de fibres  $v_f = 40\%$  a un module d'Young de 26 GPa dans la direction des fibres, tandis que la valeur du module passe à 4 GPa dans la direction transverse. De même, la contrainte maximale passe de 190 MPa dans la direction longitudinale à 10 MPa dans la direction transverse [41]. Cela est dû au fait que les fibres ne sont pas maintenues entre elles dans la direction transverse, et les fibres se désolidarisent donc. La matrice reste alors la seule partie du composite à résister à la sollicitation. L'avantage d'un tissé est donc que les fils sont orientés dans deux directions (généralement, ces directions sont orthogonales), même si ses propriétés mécaniques ne peuvent pas atteindre celles d'un UD dans la direction des fibres. Les propriétés mécaniques d'un composite tissé de type taffetas lin/epoxy avec une fraction volumique de fibres de 30% ont été mesurées par Liu et al. [42]. Les auteurs trouvent par exemple des valeurs de module d'Young de l'ordre de 6 GPa dans la direction des fils de chaîne, tandis que le module est de l'ordre de 8 GPa dans la direction des fils de trame. Quant à la contrainte à rupture, elle est de l'ordre de 64 MPa dans la première direction, et 109 MPa dans la seconde direction. Ces différences dans le sens chaîne et trame s'expliquent par un nombre de mèches par unité de longueur différent (32 dans le sens chaîne et 37 dans le sens trame). Les propriétés de ce type de composite sont moins intéressantes que celles d'un UD si on considère uniquement la direction longitudinale, mais si l'on souhaite avoir des propriétés plus proches dans les deux directions et suffisamment bonnes dans la direction transverse, l'utilisation d'un tissé s'avère très pertinente. Dans le cadre de cette étude, nous utiliserons un renfort tissé de type sergé 2/2, qui est présenté sur la figure 1.3.b).

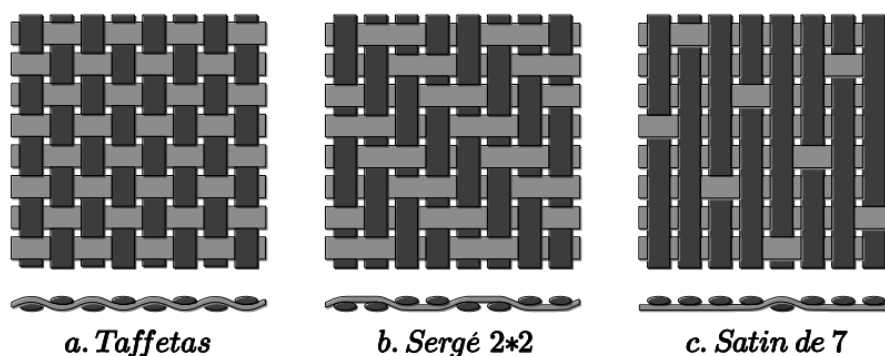


Figure 1.3 – Exemples de renforts tissés [39]

## 1.2.4 Propriétés et applications des composites à fibres végétales

### 1.2.4.1 Propriétés

Contrairement à ce qui est observé lors de l'étude de la fibre seule, la variabilité des propriétés mécaniques n'est pas forcément reproduite à l'échelle du composite [18]. En effet, il a été constaté que la dispersion du module d'Young observée dans des composites tissés à renforts naturels est similaire à celle qu'on peut avoir pour des composites renforcés en fibre de verre [17].

Le tableau 1.4 donne des ordres de grandeurs de propriétés élastiques de composites à fibres végétales trouvés dans la littérature, ainsi que les propriétés d'un composite verre/epoxy, à titre de comparaison. Comme expliqué précédemment, les composites à renfort sergé ont de moins bonnes propriétés que les composites à renfort unidirectionnel dans la direction longitudinale, mais le fait que le tissu soit équilibré leur confère des propriétés dans la direction transversale, ce qui n'est pas le cas pour les unidirectionnels, comme cela peut être observé dans le tableau. En effet, le module  $E_y$  est 5 fois plus faible que le module  $E_x$  dans le cas de l'UD, tandis qu'il est le même pour le sergé, et il est supérieur à celui de l'UD.

Pour les composites à matrices thermodures, on constate que ceux qui ont un renfort végétal ont un module similaire à ceux qui sont renforcés en fibres de verre, même si la valeur de la résistance mécanique reste inférieure.

Matériau	Architecture	$v_f$ (%)	$E_x$ (GPa)	$E_y$ (GPa)	$G_{xy}$ (GPa)	$v_{xy}$	Méthode	Référence
Lin/epoxy	UD	44	22.8 ( $\pm 1.0$ )	4.52 ( $\pm 0.18$ )	1.96 ( $\pm 0.17$ )	0.43 ( $\pm 0.02$ )	Expérimental	[30]
Lin/epoxy	Sergé 2/2	40	13.81	13.81	1.58	0.144	Modèle	[35]
Lin/epoxy	Taffetas	30	8.01 ( $\pm 0.21$ )	5.95 ( $\pm 0.09$ )	-	-	Expérimental	[42]
Verre/epoxy	UD	44	23.46	6.35	2.61	-	Expérimental	[43]

Tableau 1.4 – Coefficients élastiques dans le plan de différents types de composites à fibres végétales

#### 1.2.4.2 Domaines d'application

Il est possible de remplacer la fibre de verre par de la fibre végétale dans certaines applications. L'industrie automobile s'intéresse de près à ces composites puisque l'utilisation de fibres naturelles permet une réduction de coût de l'ordre de 20% et un allègement de la masse de l'ordre de 30% [44]. La plupart des composites à base de fibres naturelles sont affectés à des applications non structurelles. En effet, on les retrouve notamment dans les panneaux et montants de portes, tableaux de bord et dans les dossiers de siège. Dans ces cas, ce sont des pièces thermocompressées ou injectées avec un renforcement en fibres courtes [45].

Ce type de matériaux peut également se révéler intéressant en termes d'isolation acoustique et d'amortissement. Il est donc également utilisé dans le domaine de l'énergie, par exemple pour la fabrication de pales d'éoliennes et dans le domaine des sports et loisirs, par exemple pour fabriquer des raquettes, cannes à pêche, cadres de vélo, casques haut de gamme et planches de surf. Des renforts hybrides lin/carbone sont également utilisés dans des skis de la marque SALOMON [46].

Leur utilisation reste néanmoins encore limitée et les connaissances sur le long terme restent peu nombreuses.

#### 1.2.4.3 Impact environnemental des matériaux composites à fibres végétales

En théorie, les fibres végétales sont neutres en émissions de  $CO_2$  (dioxyde de carbone), ce qui signifie que lors de leur combustion ou dégradation, la quantité de  $CO_2$  qui ressort est égale à la quantité de  $CO_2$  absorbée lors de la croissance de la plante. Néanmoins, il faut également prendre en compte les pratiques agricoles, la phase d'extraction de la fibre et la mise en forme qui peuvent modifier cet équilibre. Elles sont également biodégradables. Cette dégradation forme de l'eau, du  $CO_2$  et/ou du  $CH_4$  (méthane) ainsi que d'autres sous-produits non toxiques.

Grâce à ces propriétés, la plupart des matériaux composites à fibres végétales peuvent être exploités en fin de vie, notamment si ce sont des biocomposites (matrice et fibres biodégradables) et ils sont plus faciles à recycler que les autres composites [47, 48]. Si la matrice est biodégradable, il est possible de réaliser des pièces qui peuvent être broyées et compostées à la fin du cycle de vie [2].

En ce qui concerne l'ensemble des matériaux composites à fibres végétales, une démarche d'écoconception (ACV : analyse de cycle de vie) doit être réalisée dans le but d'évaluer les impacts environnementaux.

### 1.3 Essais d'impact basse vitesse sur les matériaux composites

Les matériaux composites sont très sensibles aux impacts, même lorsque l'énergie d'impact est assez faible. L'étude du comportement à l'impact des composites à fibres végétales est par conséquent un sujet d'actualité au sein de la communauté scientifique mais demeure encore peu investi. On trouve certains travaux sur le comportement à l'impact de composites à base de fibres de jute dès 2000 [49] indiquant des dispersions significatives sur les résultats. Malgré le caractère peu prédictible de l'endommagement de ce type de matériaux, les auteurs concluent que les résultats restent prometteurs, en particulier ceux obtenus à partir des tests d'impact par masse tombante. D'autres études présentent l'analyse de composites avec des renforts hybrides verre et lin par exemple afin d'obtenir une résistance à l'impact plus importante, réduire la masse des matériaux ainsi que leur impact environnemental [50]. Si la littérature concernant le comportement en fatigue est assez riche [51, 52], l'étude mixte fatigue et impact est beaucoup moins fournie même si on peut trouver une thèse consacrée à l'étude du comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/epoxy [53] tandis que des études de ce type ont déjà été réalisées sur des composites à fibres synthétiques [54, 55].

Après une présentation des différents dispositifs d'essais d'impact, un focus sera réalisé sur la technique de tour de chute et sur le calcul des caractéristiques énergétiques. Les différents types d'endommagement rencontrés lors de l'impact seront introduits, avant de s'intéresser plus particulièrement aux résultats obtenus lors d'impacts de composites à fibres végétales.

#### 1.3.1 Les différents dispositifs d'essais d'impact

Les essais d'impact peuvent être réalisés à l'aide de divers dispositifs. On peut rencontrer notamment les essais Charpy et Izod, les barres d'Hopkinson ainsi que la tour de chute.

L'essai Charpy consiste à rompre une éprouvette préalablement entaillée à l'aide d'un impact [56]. Il permet de déterminer l'énergie nécessaire à la rupture du matériau étudié ainsi que de caractériser sa résistance aux chocs. Le dispositif est présenté sur la figure 1.4. C'est un balancier avec un marteau (appelé "couteau") qui est lâché d'une hauteur définie et qui vient frapper l'éprouvette. La hauteur à laquelle remonte le balancier est ensuite mesurée et permet de calculer l'énergie  $K_c$  absorbée par le matériau lors de l'impact grâce à la formule 1.1, qui fait la différence de l'énergie potentielle initiale du marteau avec son énergie potentielle finale.

$$K_c = mg\Delta h \quad (1.1)$$

avec  $m$  la masse du couteau,  $g$  l'accélération de la pesanteur et  $\Delta h$  la différence de hauteur entre la hauteur de départ et la hauteur finale, soit la perte d'altitude.

L'essai Izod est relativement similaire à l'essai Charpy, mais les éprouvettes sont un peu plus grandes et le couteau est horizontal au lieu d'être vertical comme dans le cas de l'essai Charpy.

Les barres d'Hopkinson sont également utilisées pour caractériser le comportement dynamique des matériaux. Le dispositif est présenté dans la figure 1.5. Ce sont deux barres cylindriques (barre entrante et barre sortante) qui sont de chaque côté de l'échantillon. Un impacteur frappe la

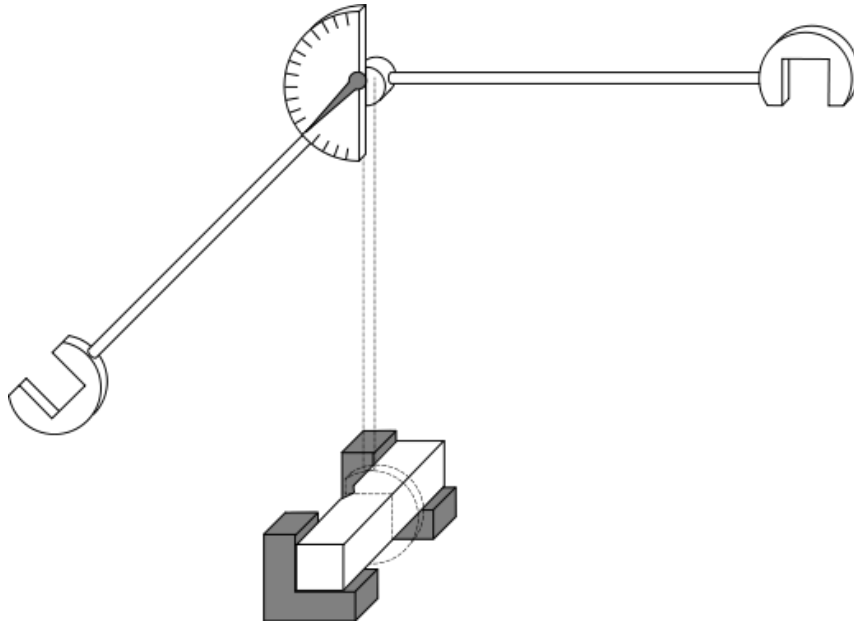


Figure 1.4 – Schéma de principe de l'essai Charpy [56]

barre entrante, ce qui crée une onde de compression dans la barre. Lorsque l'onde atteint l'échantillon, elle le met en compression. Les ondes sont mesurées à l'aide de jauges de déformation situées au milieu de chacune des barres qui indiquent l'amplitude de l'onde réfléchie dans la barre entrante et celle de l'onde transmise dans la barre sortante, permettant de cette manière de savoir ce qui a été absorbé par le matériau [57].

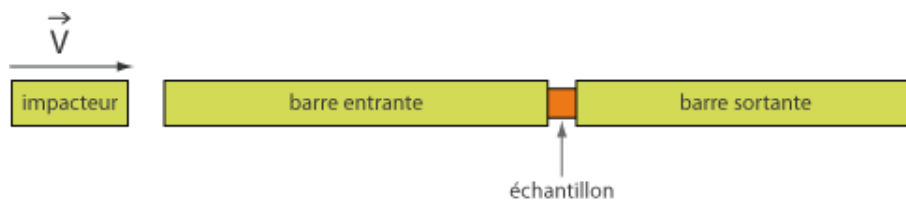


Figure 1.5 – Schéma de principe des barres d'Hopkinson [57]

### 1.3.2 Les essais d'impact avec la technique de tour de chute

Jusqu'à encore récemment, les tests d'impact sur les composites à base de fibres végétales étaient restreints à ce type d'essais, et notamment aux essais unidirectionnels Charpy et Izod, puisque ces matériaux étaient au départ destinés à des applications non structurales. Ces essais permettent de déterminer la résilience du matériau et son type de rupture (ductilité, fragilité). Plusieurs études utilisant ces tests ont été réalisées sur des composites à fibres végétales [58–61]. Ces tests restent toutefois insuffisants et ne permettent pas d'évaluer complètement les capacités des matériaux et la pertinence de leur utilisation dans des applications structurales ou semi-structurales. En effet, plusieurs chercheurs ont trouvé que les essais Izod/Charpy ont une moins bonne précision et sont moins répétables que les essais réalisés avec une tour de chute [62–64]. L'utilisation des composites à base de fibres végétales croît rapidement et va être de plus en plus importante dans le futur. Il est donc nécessaire de mieux les caractériser à l'impact [65]. Pour cela, les essais d'impact utilisant des dispositifs de type tour de chute sont particulièrement appropriés car ils permettent d'obtenir énormément d'informations sur le matériau et son comportement lors de l'impact, et permettent de simuler des types de chargements d'impact réels variés, comme la

chute d'outils ou le contact avec d'autres matériaux [66, 67].

La figure 1.6 donne un exemple de l'aspect d'une tour de chute et ses différents constituants tels qu'indiqués dans la norme NF EN ISO 6603 [68]. Une tour de chute est un dispositif possédant un impacteur (ou percuteur) de forme hémisphérique en général, pouvant être instrumenté avec divers capteurs tels que des accéléromètres ou capteurs de force. Il est généralement positionné sur une traverse glissant le long de rails de guidage verticaux. L'impacteur peut être lâché d'une hauteur variable et la masse de l'impacteur peut également être réglable. L'échantillon se situe dans l'axe de l'impacteur sur un socle et est maintenu sur ses bords ou non par un dispositif de bridage. Sur certaines tours de chute, un mécanisme anti-rebond peut également être utilisé pour empêcher l'impacteur de tomber plusieurs fois sur l'échantillon. Grâce à ce système, la valeur de l'énergie d'impact peut être connue à l'avance et dépend de la hauteur de chute ainsi que de la masse tombante. En effet, dans un cas parfait où il n'y a pas de frottements, l'énergie d'impact, qui est égale à l'énergie cinétique de l'impacteur [69], correspond également à la variation de l'énergie potentielle de pesanteur entre le lâcher de la masse (hauteur  $h$ ) et l'impact (hauteur  $h_0 = 0$ ) [70]. L'équation 1.2 donne l'expression du calcul de l'énergie d'impact avec l'énergie cinétique.

$$E_{imp} = \frac{1}{2}mv_{imp}^2 \quad (1.2)$$

avec  $m$  la masse tombante et  $v_{imp}$  la vitesse atteinte par l'impacteur lors de l'impact.

Or, en chute libre et sans vitesse initiale,  $v_{imp} = \sqrt{2gh}$ , avec  $g$  l'accélération de la pesanteur et  $h$  la hauteur de chute, donc on retrouve bien l'énergie potentielle de pesanteur initiale égale à l'énergie d'impact (équation 1.3) :

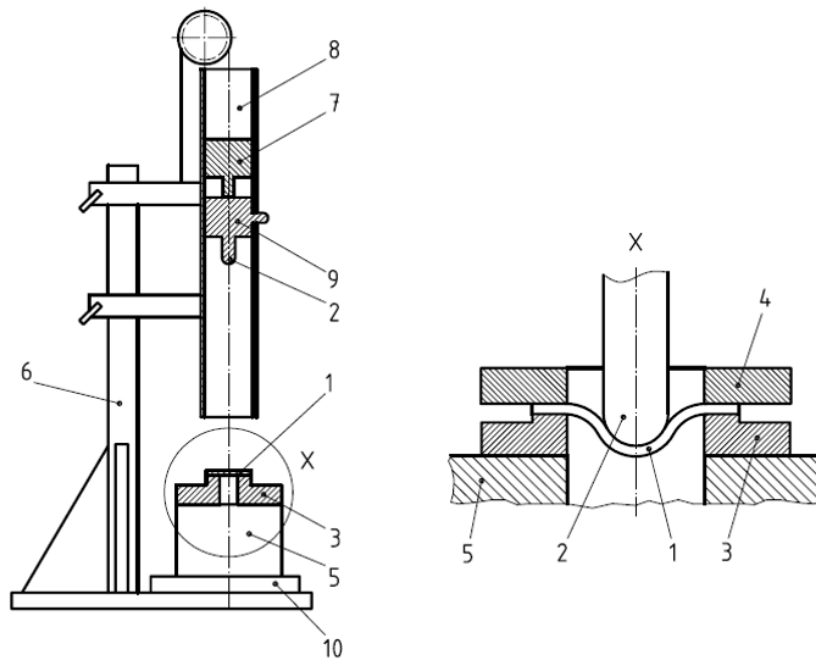
$$E_{imp} = mgh \quad (1.3)$$

En pratique, il existe toujours des frottements dans le dispositif, mais la tendance reste généralement la même, c'est-à-dire que l'énergie d'impact reste sous la forme  $E_{imp} = A(mh)$ , avec  $A$  une constante inférieure à  $g$ , qui tient compte de la présence des frottements dans le dispositif [71].

En plus des informations sur l'énergie d'impact, il est possible d'obtenir d'autres données si la tour de chute est instrumentée. En effet, si la tour de chute est équipée d'accéléromètres et de capteurs de force (ou d'autres dispositifs permettant d'obtenir des données telles que la position ou la vitesse de l'impacteur au cours du temps et la force appliquée sur l'échantillon), de nombreux résultats sont exploitables et permettent une analyse beaucoup plus fine de l'impact. Les premiers résultats que l'on peut habituellement obtenir sont la déflexion de l'échantillon au cours du temps lors de l'impact, et la force en fonction du temps. Grâce à ces données, le temps d'impact peut être calculé et la force d'impact ainsi que la déflexion maximales peuvent également être déterminées.

La figure 1.7 est un exemple de courbe déplacement (ou déflexion) / temps que l'on peut obtenir lors d'un essai d'impact. Ici, la courbe a été tracée de façon à n'avoir que le déplacement de l'impacteur lorsqu'il est en contact avec l'échantillon. En négligeant la déformation de l'impacteur, on peut considérer que ce déplacement correspond également à la déflexion du matériau. A l'aide de cette courbe, il est possible de déterminer la valeur de la déflexion maximale, le temps pour atteindre la déflexion maximale, et également la durée totale de l'impact ainsi que la déflexion résiduelle [72–74]. En effet, lorsque l'impact crée un endommagement, une déformation se crée dans le matériau, et malgré le retour élastique qui peut être constaté avec le déplacement qui diminue à la fin de l'impact (rebond de l'impacteur), la déflexion finale est non nulle.

La figure 1.8 présente l'évolution typique de la courbe force/temps lors d'un impact sur un composite à base de renforts tissés [75]. Il y a une zone élastique où la force d'impact augmente



**Légende**

- |                                   |   |
|-----------------------------------|---|
| 1 Éprouvette                      | 6 Support du système de masse tombante                |
| 2 Tête hémisphérique du percuteur | 7 Système de retenue et de largage du percuteur lesté |
| 3 Porte-éprouvette                | 8 Axe de guidage du percuteur lesté                   |
| 4 Anneau de bridage (facultatif)  | 9 Percuteur lesté                                     |
| 5 Socle                           | 10 Isolation acoustique (facultative)                 |

Figure 1.6 – Exemple de tour de chute selon la norme NF EN ISO 6603 [68]

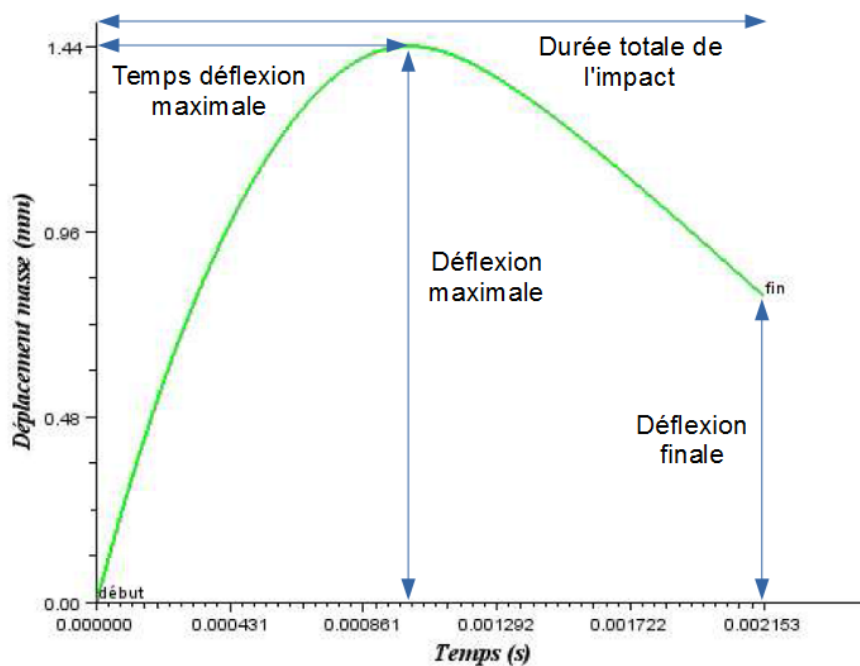


Figure 1.7 – Courbe déplacement/temps lors d'un impact [71]



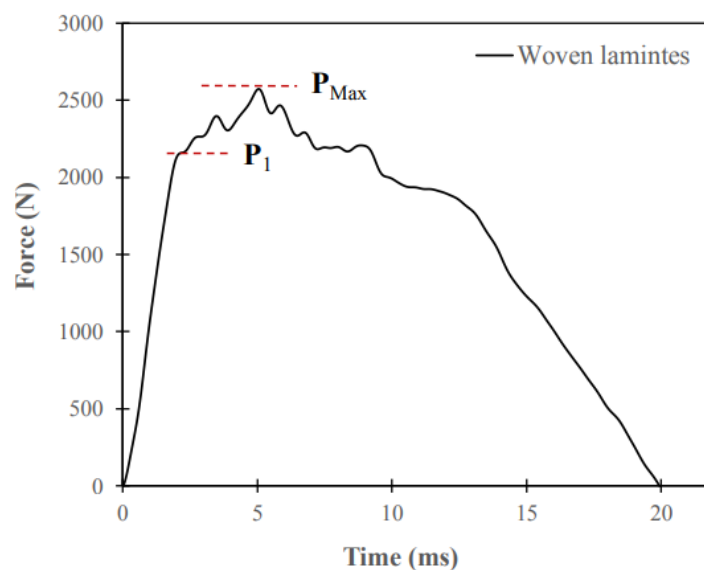


Figure 1.8 – Courbe force/temps lors d'un impact sur un composite à base de renforts tissés [75]

linéairement avec le temps, jusqu'à atteindre une valeur  $P_1$  où la rigidité change en raison de l'initiation de l'endommagement. Cette valeur est par conséquent considérée comme un indicateur de la capacité du matériau à résister aux endommagements [72]. La valeur  $P_{max}$  est quant à elle la force maximale d'impact. Il est montré que sur les échantillons plus rigides, la durée de l'impact est plus courte mais la force maximale est plus élevée [70,76]. A partir de ce type de courbe, la durée du contact entre l'impacteur et l'échantillon peut être mesurée, puisque c'est la durée pendant laquelle la force reste non nulle [72, 74], et il est plus évident de l'obtenir correctement à l'aide de cette courbe qu'avec la courbe déplacement/temps qui n'indique pas le moment où l'impacteur n'est plus en contact avec l'échantillon.

Si les courbes force/temps et déplacement/temps sont combinées et que les capteurs sont synchronisés entre eux, il est possible de tracer la courbe force en fonction de la déflexion, qui est particulièrement riche en informations.

Pour une faible énergie, la courbe force/déflexion a une allure particulière, comme on peut le voir sur la figure 1.9. Elle peut être divisée en plusieurs zones :

- la zone 1 représente le comportement élastique non linéaire en flexion du composite (le contact composite / support change au cours du déplacement de l'échantillon)
- la zone 2 commence à partir d'une valeur de l'effort indépendante de l'énergie d'impact, et où la raideur diminue. C'est dans cette partie que de l'endommagement par fissuration ou par délaminage de la plaque apparaissent. A la fin de cette zone, une chute importante de l'effort peut apparaître dans le cadre de deux types d'endommagement : une rupture de fibres, ou la perforation de l'échantillon
- la zone 3 correspond au retour élastique de flexion de l'échantillon et on observe finalement un déplacement résiduel causé par la présence de fissures et/ou la plastification de la matrice du composite [77]

Cette figure donne un exemple de courbe force/déflexion que l'on peut obtenir lorsque l'échantillon n'est pas perforé, mais ce type de courbe peut avoir d'autres allures lorsque le matériau est fortement endommagé, et ce type de courbe peut donc également être un bon indicateur de l'état final du matériau testé [78]. Ces différentes situations sont montrées dans la figure 1.10, où une différence est faite entre les échantillons épais et les échantillons fins. La figure 1.10a montre la



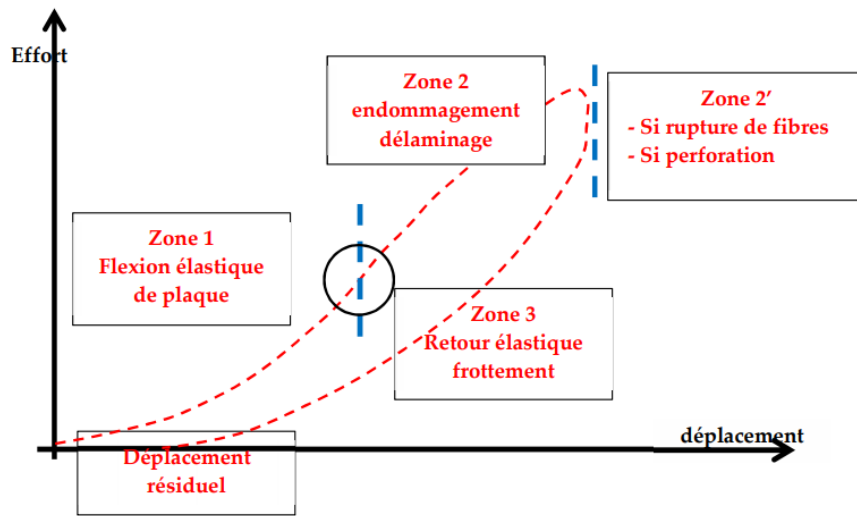


Figure 1.9 – Courbe force déplacement d'une plaque composite pour un essai à faible énergie et faible vitesse [77]

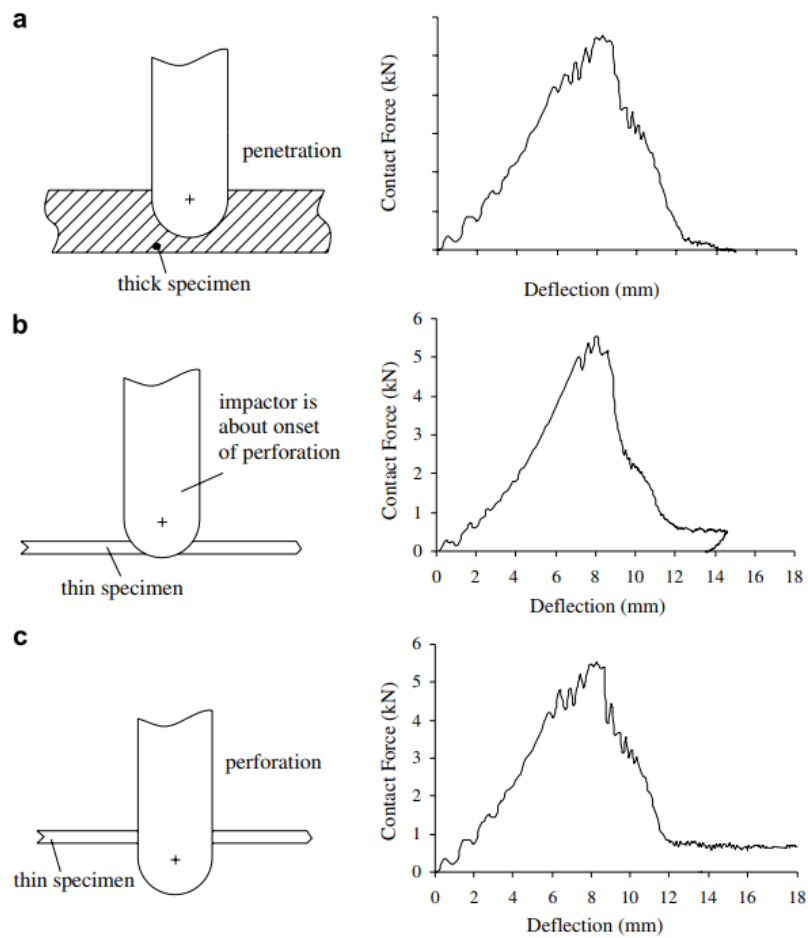


Figure 1.10 – Schématisation et courbe force/déflexion associée de a) la perforation d'une plaque épaisse, b) l'initiation de la perforation d'une plaque fine et c) la perforation complète d'une plaque fine [78]

courbe force/déplacement associée à la perforation d'un matériau épais. La figure 1.10b correspond à l'initiation de la perforation sur un échantillon plus fin. Une petite boucle peut être observée sur la fin de l'essai, indiquant un petit retour élastique. Enfin, la figure 1.10c correspond à la perforation complète d'un échantillon fin.

La figure 1.11a montre des courbes force/déflexion obtenues lors de l'impact de composites chanvre/epoxy. Ces courbes ont été tracées pour des essais avec des énergies d'impact de 2.5, 5 et 10 J. Comme cela peut être observé, l'aire de ces courbes croît au fur et à mesure que l'énergie d'impact augmente, ce qui signifie que l'énergie absorbée par les échantillons est de plus en plus élevée lorsque l'énergie d'impact augmente, et de la même façon, la force de contact maximale, la déflexion maximale ainsi que la déflexion résiduelle augmentent [53].

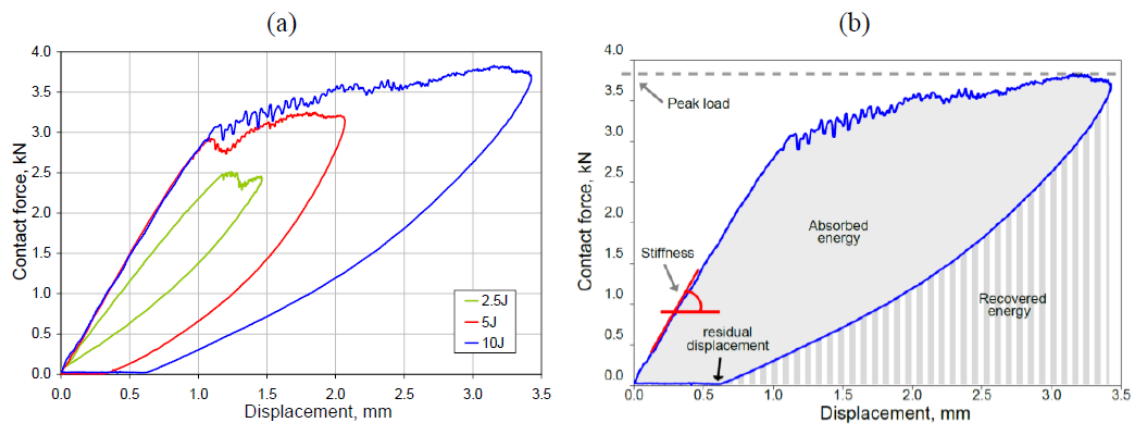


Figure 1.11 – a) Courbe force/déflexion lors d'essais d'impact de 2.5, 5 et 10 J sur un composite chanvre/epoxy b) Schéma explicatif des paramètres mesurés à l'aide de ces courbes [53]

A l'aide des courbes force/déflexion, il est possible de déterminer les énergies impliquées dans l'impact, qui sont l'énergie absorbée  $E_{abs}$  par l'échantillon et l'énergie élastique  $E_{elast}$ , cette dernière correspondant à la quantité d'énergie récupérée après impact (équation 1.4). En effet, comme expliqué dans la figure 1.11b, l'énergie absorbée est équivalente à l'aire qui est à l'intérieur de la courbe force/déflexion (absorbed energy sur la figure), tandis que l'énergie élastique correspond à la zone située sous la courbe (recovered energy).

$$E_{imp} = E_{elast} + E_{abs} \quad (1.4)$$

L'énergie absorbée peut être séparée en deux composantes différentes : l'énergie d'endommagement  $E_{endo}$  qui crée l'endommagement dans l'échantillon, et l'énergie dissipée par le système  $E_{diss}$  sous forme de frottements et de vibrations au niveau des conditions limites (dispositif d'essai, impacteur), de chaleur... Elle peut donc être formulée comme dans l'équation 1.5.

$$E_{abs} = E_{endo} + E_{diss} \quad (1.5)$$

Il est également possible de définir l'énergie absorbée à l'aide des énergies cinétiques de début d'impact et de fin d'impact, comme montré dans l'équation 1.6, avec les vitesses  $v_0$  et  $v_f$  correspondant respectivement à la vitesse de l'impacteur lorsqu'il entre en contact avec l'échantillon et la vitesse de l'impacteur à la fin du contact (rebond) [79].

$$E_{abs} = \frac{1}{2}m(v_0^2 - v_f^2). \quad (1.6)$$

Enfin, l'énergie d'endommagement se décompose également en plusieurs termes (équation 1.7) : l'énergie d'indentation  $E_{indent}$ , l'énergie d'endommagement matriciel  $E_{mat}$  et enfin, l'énergie associée à la rupture des fibres  $E_{fibre}$  [72].

$$E_{endo} = E_{indent} + E_{mat} + E_{fibre} \quad (1.7)$$

Une seconde méthode pour déterminer les différentes énergies est d'utiliser une courbe énergie/temps. Pour cela, l'énergie que reçoit l'échantillon lors de l'impact est calculée. Cette énergie correspond au travail de la force de contact, et peut s'exprimer de la manière suivante (équation 1.8) [80, 81] :

$$E_{ech}(t) = \int_0^t F(t) \frac{d\delta(t)}{dt} dt \quad (1.8)$$

où  $\delta(t)$  est la déflexion de la plaque au cours du temps.

La figure 1.12 représente la courbe énergie/temps lors d'un impact où il y a un endommagement, et sa signification, l'énergie étant notée  $\varepsilon$ . L'énergie  $\varepsilon_{max}$  indiquée sur la courbe correspond à l'énergie d'impact  $E_{imp}$ , tandis que l'énergie  $\varepsilon^*$  correspond à l'énergie absorbée par l'échantillon  $E_{abs}$ . La différence entre ces deux énergies représente l'énergie élastique. A  $t = t^*$ , lorsque le contact entre l'impacteur et l'échantillon se termine (rebond ou perforation),  $\varepsilon = \varepsilon^*$  et cette valeur reste constante pour  $t > t^*$ . La valeur d'énergie maximale  $\varepsilon_{max}$  dépend de l'énergie d'impact  $E_{imp}$ . Lorsque le rebond est parfaitement élastique (pas d'endommagement du composite),  $E_{imp} = \varepsilon_{max}$  et  $\varepsilon_{max} > \varepsilon^* = 0$ . Dans le cas d'un endommagement, il y a un transfert de l'énergie d'impact vers le matériau, soit  $E_{imp} = \varepsilon_{max}$  et  $\varepsilon_{max} > \varepsilon^* > 0$ . Enfin, dans le cas d'une perforation,  $E_{imp} > \varepsilon_{max}$  et  $\varepsilon_{max} = \varepsilon^*$ . Dans ce dernier cas, seule une partie de l'énergie d'impact est transférée à l'échantillon durant le contact et presque toute cette énergie est de l'énergie d'endommagement [81].

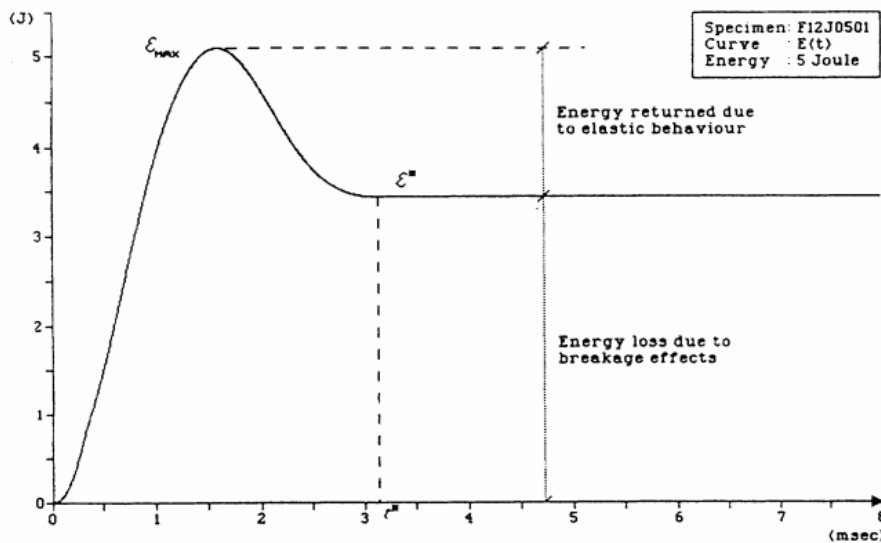


Figure 1.12 – Courbe énergie/temps typique lors d'un essai d'impact [81]

### 1.3.3 Endommagements externes et internes des composites soumis à l'impact

L'observation des échantillons pendant l'impact et post-impact est complémentaire aux données que l'on peut obtenir avec les capteurs et les courbes d'impact abordées précédemment. Ces observations permettent de comprendre la façon dont s'endommage le matériau au cours de l'impact. Dans la littérature, on trouve que l'endommagement des composites débute par de la fissuration matricielle ainsi que des décohésions fibre/matrice, tandis que l'endommagement des

fibres n'apparaît que pour des niveaux d'énergie plus importants [82, 83]. L'étude des endommagements du matériau à l'impact permet de le caractériser mais il est à noter que des facteurs extérieurs peuvent également influencer le comportement à l'impact du matériau. En effet, la taille et la masse de l'impacteur [70], l'épaisseur de l'échantillon [84] et sa géométrie [85] sont autant de paramètres à prendre en compte et à considérer lorsque l'on souhaite comparer des résultats d'essais d'impact.

### 1.3.3.1 Endommagements externes

Il est possible d'étudier l'endommagement externe du composite en analysant à la fois la face impactée et la face opposée à l'impact. Ce type de travaux a déjà été réalisé dans de nombreuses publications, avec différentes méthodes permettant de caractériser la surface d'endommagement. La face impactée présente généralement un point d'indentation permanente qui augmente en même temps que l'énergie d'impact. La zone circulaire d'endommagements est causée par la tête hémisphérique de l'impacteur, comme on peut le voir dans d'autres travaux [86, 87].

Dans le cas des composites tissés, on observe que les fissures apparaissant sur la face arrière sont généralement orientées à  $45^\circ$  par rapport aux fils du tissu pour des impacts à très faible énergie, mais commencent à s'orienter dans la direction des fils lorsque les énergies d'impact augmentent, comme on peut le voir sur la figure 1.13. De façon logique, on constate également que plus l'énergie d'impact augmente, plus la longueur des fissures augmente. Ce type de motifs où on observe des fissurations matricielles et des ruptures de fibre suivant les fils et formant une croix est typique des composites tissés [72, 73, 87–89].

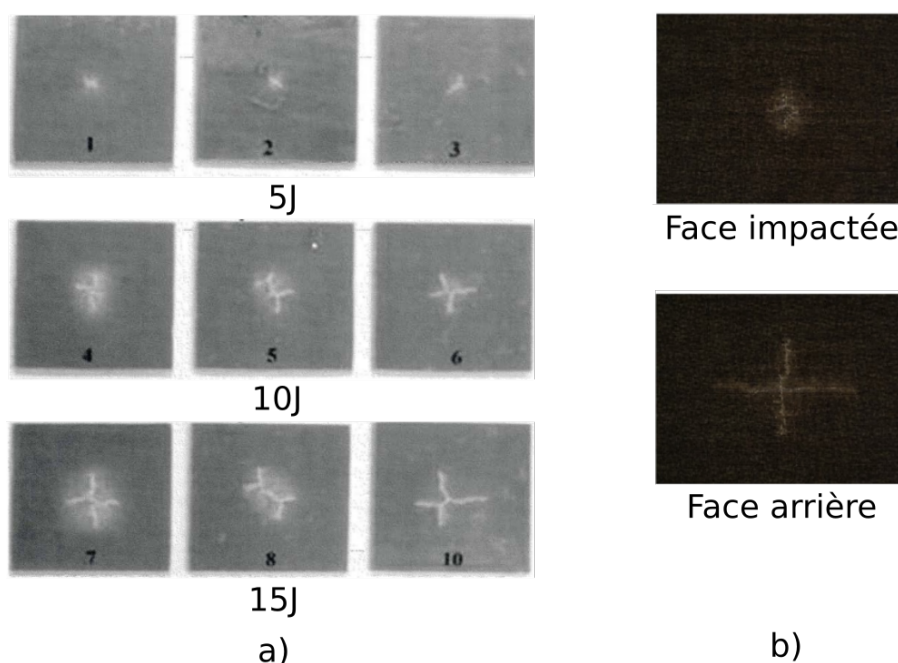


Figure 1.13 – a) Faces opposées à l'impact d'échantillons de composites chanvre/epoxy impactés à 5, 10 et 15J [72], b) Face impactée et face opposée à l'impact d'un composite lin/epoxy impacté avec une énergie de 30J [90]

L'état de la face opposée à l'impact peut être une bonne indication de la tenue à l'impact du composite. L'analyse de cette surface n'est cependant pas normalisée et plusieurs méthodologies existent dans la littérature pour mesurer son niveau d'endommagement. En général, la mesure est réalisée à partir de photos de la face en mesurant l'aire endommagée. On peut considérer dans le

premier cas une surface circulaire ou elliptique englobant complètement l'endommagement externe visible et considérer que cette zone représente la surface endommagée. Une autre technique consiste à quantifier le nombre de pixels présents dans la zone endommagée et de faire la correspondance entre la dimension de l'échantillon et le nombre de pixels. Enfin, une dernière méthode possible est la mesure linéaire des fissures.

### 1.3.3.2 Endommagements internes

Les matériaux composites ont la spécificité de pouvoir être endommagés à l'intérieur sans que cela puisse se voir à l'œil nu sur ses faces externes. Cet endommagement peut nuire aux bonnes propriétés du matériau, et il est donc nécessaire de pouvoir déterminer le niveau d'endommagement du matériau dans ces conditions et d'évaluer la possible perte de performances causées par un petit impact. La première méthode que l'on peut utiliser dans ce cas est la microscopie dans l'épaisseur. Elle permet d'observer les différents types d'endommagement, les délaminages qui ont pu apparaître, la décohésion de l'interface fibre / matrice, les fissures matricielles et de possibles ruptures de fibres. Plusieurs études montrent que l'endommagement interne lors d'un impact sur un composite stratifié a une forme conique dans l'épaisseur, la zone endommagée s'agrandissant à partir de la face impactée jusqu'à la face opposée, comme présenté sur la figure 1.14 [91–94].

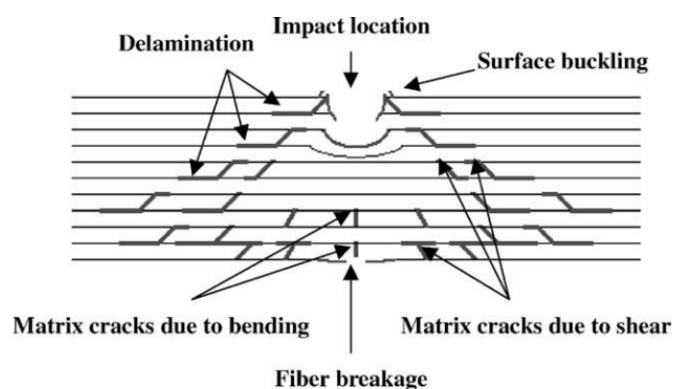


Figure 1.14 – Représentation schématique du mode typique d'endommagement d'impact dans les composites [92]

Lors d'un impact à faible vitesse, on observe en premier des décohésions à l'interface fibre / matrice [95]. Ensuite, les fissures matricielles se propagent radialement à partir de la face soumise à l'impact et sont orientées à 45°, comme présenté sur la figure 1.14. A partir d'un niveau d'énergie donné, des délaminages peuvent apparaître [96], et enfin, des ruptures de fibres peuvent se créer une fois que l'effort est trop important pour les fibres.

### 1.3.4 Impact sur des composite à fibres végétales

Le comportement à l'impact et en post-impact de composites à base de fibres végétales a déjà été étudié dans plusieurs travaux en utilisant des dispositifs de type tour de chute [72, 75, 79, 86–90, 97–100]. Ces travaux de recherche portaient sur différents types d'architecture des renforts de fibres, comme les UD ou quasi-UD [86, 88, 90, 97, 98], les non-tissés [79, 99, 101], les tissus 2D [72, 86–89, 99, 100] et les renforts cousus [75]. Le tableau 1.5 donne un aperçu des différents travaux déjà existants sur l'impact des matériaux composites à fibres végétales en indiquant le type de renfort et de matrice utilisé, l'architecture du renfort ainsi que les énergies d'impact.

Les analyses d'impact réalisées dans les études présentées dans ce tableau se réfèrent généralement aux mêmes informations, caractéristiques de l'impact. En effet, comme cela a été évoqué

Matériau	Architecture du renfort	Energies d'impact	Référence
Chanvre/epoxy	UD - tissu 2D	de 0 à 75 J	[86]
Chanvre/epoxy	tissu 2D	2.5, 5 et 10 J	[87]
Chanvre/epoxy	tissu 2D	5, 10 et 15 J	[72]
Chanvre/epoxy	UD	56 J	[98]
Chanvre/polyester	non tissé	de 10 à 15 J	[79]
Basalte (hybridé avec lin/chanvre/verre)/epoxy	tissu 2D	6.12, 12.25 et 36.75 J	[89]
Jute/méthacrylate	non tissé - tissu 2D	25 J	[99]
Carbone + lin/epoxy	UD	de 5 à 30 J	[90]
Verre + lin/epoxy	stratifié	Perforation	[50]
Lin/epoxy ou MAPP	UD - tissu 2D - non tissé	3.11, 12.4 et 18.7 J	[88]
Lin/epoxy	UD	2, 4, 6, 8 et 10 J	[97]
Lin/epoxy	tissu 2D	de 10 à 70 J	[100]
Lin/epoxy	cousu	19.6 et 44.6 J	[75]
Lin/epoxy	non-tissé	4, 6, 8, 10, 12 et 14 J	[101]

Tableau 1.5 – Essais d'impact réalisés sur des matériaux composites à fibres végétales

précédemment, la courbe force/déflexion obtenue lors d'un impact caractérise bien le comportement du matériau. Il est en effet possible d'obtenir des informations telles que l'énergie absorbée par le matériau, l'énergie élastique, la rigidité élastique en régime dynamique, la force de premier endommagement ainsi que le coefficient d'amortissement. D'autres études vont un peu plus loin en rajoutant des essais post-impact (qui seront abordés dans le paragraphe 1.4) et des observations de la face endommagée ainsi que la face opposée à l'impact.

Plusieurs études ont déjà été réalisées sur le comportement des composites lin / epoxy et chanvre / epoxy notamment.

Santulli et al. [50] ont réalisé une étude sur des composites lin / epoxy et verre / epoxy dans le but de remplacer une partie des fibres de verre par des fibres de lin pour des raisons environnementales et dans le but de réduire la masse du composite sans pour autant avoir une trop forte diminution de ses propriétés mécaniques. Pour cela, ils ont d'abord comparé le comportement individuel des deux types de composites non hybridés (lin / epoxy et verre / epoxy) en étudiant différents diamètres de fils utilisés pour le lin (entre 0.2 mm et 2.3 mm). Les essais d'impact ont été réalisés sur un dispositif muni de deux appuis, comme illustré sur la figure 1.15. Le tableau 1.6 donne un aperçu des résultats obtenus lors de cette étude en termes d'énergies de perforation. Les résultats obtenus montrent que les propriétés des composites lin/epoxy sont loin d'être comparables à celles de composites verre/epoxy, même si la fraction massique de fibres est bien inférieure dans le cas des fibres de lin. Néanmoins, ce type de composites peut présenter des avantages, notamment en terme de masse puisque ces matériaux sont plus légers que des composites verre/epoxy. Dans le cadre de cette étude, les auteurs ont choisi de se concentrer sur l'hybridation des composites en utilisant à la fois des renforts en lin et des renforts en verre dans leurs composites, permettant une diminution de la masse tout en conservant des propriétés mécaniques correctes. A noter que si des propriétés à l'impact moins importantes sont demandées, il peut être tout à fait intéressant d'utiliser uniquement des fibres de lin comme renfort.

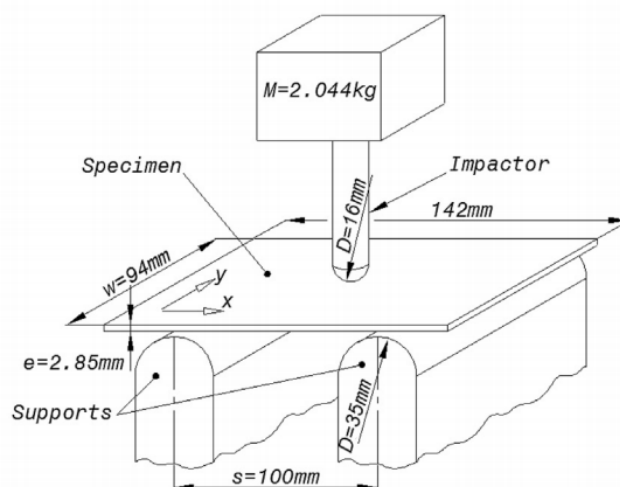


Figure 1.15 – Dispositif d'impact basse vitesse utilisé par Liang et al. [97]

Matériau	Fraction massique de fibres (%)	Energies de perforation (J)
Lin/epoxy (fil : 0.2 mm)	31	16
Lin/epoxy (fil : 0.9 mm)	53	17.8
Lin/epoxy (fil : 2.3 mm)	50	16
Verre/epoxy	67	78

Tableau 1.6 – Energies de perforation de composites lin/epoxy et verre/epoxy [50]

Bensadoun et al. [88] s'intéressent à l'influence de l'architecture du renfort utilisé (non-tissé, armures toiles, sergé torsadé, quasi-UD et UD) sur le comportement en impact de matériaux composites à renforts en lin, ainsi que l'influence de la matrice utilisée (MAPP ou epoxy). Ils montrent que le type de matrice utilisé a une grande influence sur l'énergie absorbée durant la perforation et sur la résistance à l'endommagement, indépendamment de l'architecture des renforts utilisés. Les endommagements totaux pour les échantillons non perforés se sont limités à la zone d'impact avec un faible délaminage. Les composites à fibres de lin ont concentré les dommages sur des macro-fissures en forme de croix, avec peu de délaminage et un nombre limité de fissures matricielles autour. Peu de différences ont été observées concernant la taille de la zone endommagée et l'énergie absorbée en considérant les différentes architectures. La figure 1.16 présente l'évolution de l'aspect de composites chanvre/epoxy avec les différentes architectures de renforts avant et après impact. Hormis pour le non-tissé, les fissures se propagent en forme de croix, mais la surface endommagée reste de taille similaire, bien qu'elle soit plus concentrée sur le centre pour le quasi-UD par exemple. Elle forme une croix bien nette pour les autres architectures, sans que les dégâts ne se propagent autour.

Wang et al. [100] ont quant à eux étudié l'effet de l'épaisseur sur la résistance à l'impact de composites à base de fibres de lin (taffetas) et d'une matrice epoxy en utilisant deux méthodes d'essais d'impact : la tour de chute et l'essai Charpy. 3 épaisseurs étaient testées : 2, 4 et 6 plis. Les forces d'impact et de premier endommagement ont été mesurées et ils ont montré que ces valeurs augmentent avec l'épaisseur des éprouvettes, tout comme l'énergie absorbée par le matériau.



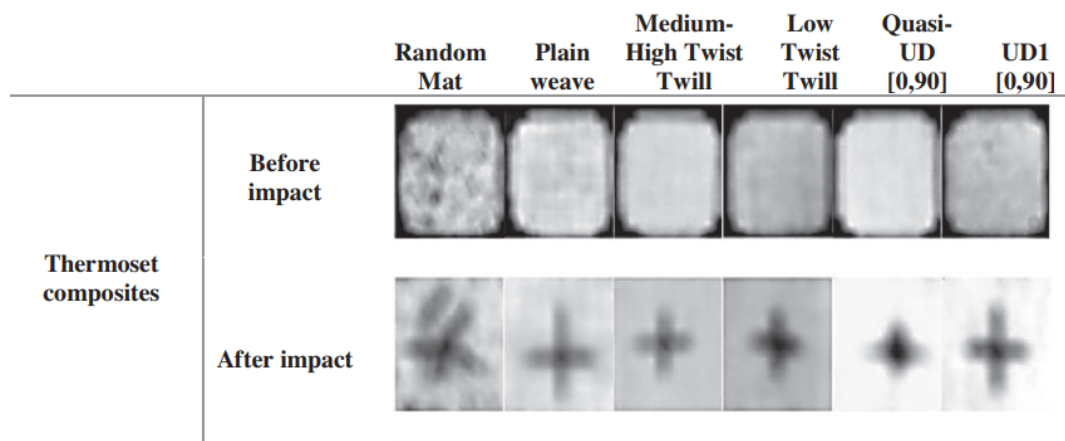


Figure 1.16 – Analyse C-scan des endommagements produits par l’impact sur des composites chanvre/epoxy avec différentes architectures de renforts [88]

Ils ont également observé que l’endommagement de composites à fibres de lin commençait avec des micro fissures, grossissant pour devenir de plus grandes fissures, avant de causer la perforation complète du matériau. Cependant, l’endommagement de ces composites varie en fonction de l’épaisseur des échantillons. La figure 1.17 montre les courbes force/déflexion et déflexion/énergie ainsi que l’aspect de l’échantillon sur la face impactée ainsi que la face opposée à l’impact sur un échantillon avec 4 plis pour des énergies de 25 et 30 J. A 25 J, il n’y a pas encore eu perforation, mais les fissures peuvent déjà être observées sur la face opposée à l’impact de l’échantillon. La courbe force/déflexion fait une boucle et même si la déflexion ne revient pas à zéro, un retour élastique peut être observé avec la diminution de la déflexion. De même, sur la courbe énergie, un point d’inflexion est observé, là où l’énergie diminue (rebond de l’impacteur) et la déflexion diminue en même temps. En revanche, les résultats à 30 J correspondent à une perforation, comme cela peut être observé sur les photographies des deux faces de l’échantillon, et sur la courbe force/déflexion où la déflexion continue toujours d’augmenter, ainsi que le point d’inflexion observé sur la courbe déflexion/énergie qui sépare la phase de perforation et la phase post-perforation.

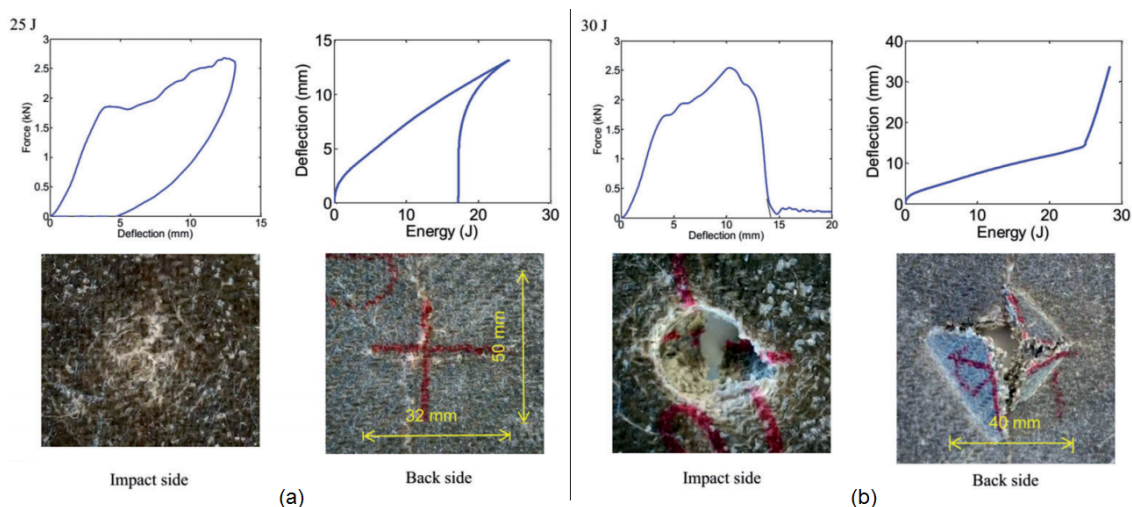


Figure 1.17 – Courbes force/déflexion et déflexion/énergie et endommagement des zones d’impact (face impactée et face opposée à l’impact) sur un échantillon avec 4 plis lin/epoxy pour des énergies de a) 25 J et b) 30 J [100]



Enfin, Liang et al. [97] se sont également intéressés à l'impact basse vitesse transverse sur des composites stratifiés lin/époxy. Deux types d'échantillons ont été réalisés : QI\_0 ( $[0/90/45/-45]_{2s}$ ) et QI\_90 ( $[90/0/-45/45]_{2s}$ ). Pour réaliser les essais d'impact, les auteurs ont utilisé une tour de chute disposant d'un système anti-rebond, les échantillons rectangulaires étant positionnés sur 2 appuis, comme montré sur la figure 1.15. Des essais de post-impact ont ensuite été réalisés en compression, et en flexion 3 points quasi-statique. L'endommagement a également été caractérisé au microscope optique. Les impacts ont été réalisés avec des énergies de 2, 4, 6, 8 et 10 J. Ils ont déterminé que les effets dynamiques étaient négligeables et une bonne concordance a été trouvée entre les essais de flexion 3 points quasi-statiques et les chargements d'impact basse vitesse, ce qui signifie que la réponse à l'impact peut être prédite à partir de la réponse quasi-statique. Les observations microscopiques ont quant à elles révélé que l'endommagement commence dans les couches proches de la face non-impactée, puis se propagent vers les couches intérieures avec l'augmentation de l'énergie d'impact. Le mécanisme d'endommagement commence par des délaminages, qui apparaissent pour de faibles énergies d'impact, puis le développement de fissures intra-laminaires ainsi que des macro fissures causées par la rupture des fibres de la face opposée à l'impact pour des énergies supérieures à 4 J. Enfin, il a été déterminé qu'à partir d'un certain niveau d'énergie (un peu avant 4 J), les fissures commencent à apparaître et l'évolution de leur longueur augmente linéairement avec l'énergie d'impact (figure 1.18).

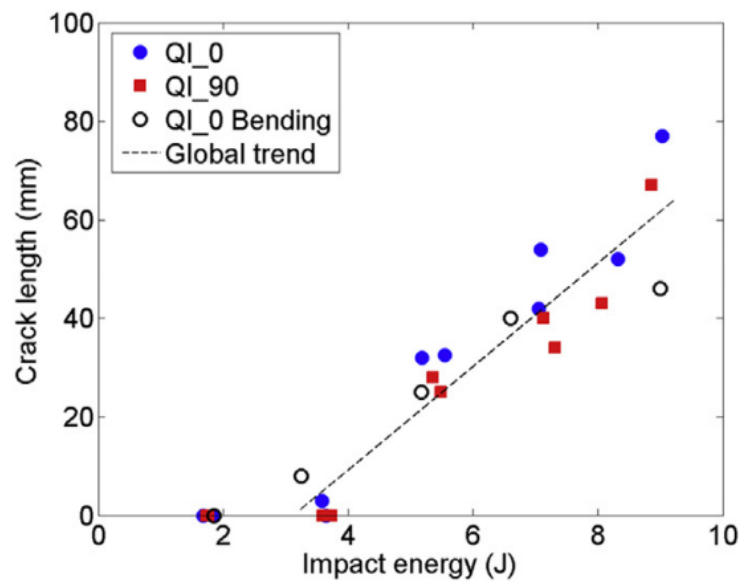


Figure 1.18 – Evolution de la longueur des fissures de la face inférieure de composites stratifiés lin/époxy en fonction de l'énergie d'impact pour des essais d'impact basse vitesse pour deux types d'empilements : QI\_0 ( $[0/90/45/-45]_{2s}$ ) et QI\_90 ( $[90/0/-45/45]_{2s}$ ) et de flexion 3 points quasi-statique pour l'empilement QI\_0 (QI\_0 Bending) [97]

## 1.4 Etude post-impact des matériaux composites

L'étude post-impact des matériaux composites présente un grand intérêt puisqu'elle permet de déterminer l'ampleur des dégâts qui peuvent être causés au matériau lors d'un impact. En effet, ces méthodes permettent de voir si le matériau peut encore supporter certaines contraintes méca-

niques après avoir été impacté, et quelle a été la dégradation selon le niveau d'énergie d'impact. Des travaux de ce type peuvent se focaliser sur différents types d'essais mécaniques, comme la traction, la flexion, la compression et la fatigue par exemple. Le tableau 1.7 donne une liste non exhaustive d'essais de post-impact basse vitesse (tour de chute) déjà réalisés sur des matériaux composites.

Matériau	Essai de caractérisation post-impact	Référence
Carbone/epoxy	Traction - compression - flexion - fatigue	[54, 69, 93, 102, 103]
Carbone/vinylester	Compression - fatigue	[91]
Jute tissé/polyester	Traction	[82]
Jute + verre/polyester	Traction - flexion	[73, 104]
Verre ( $\pm 45^\circ$ et $0^\circ/90^\circ$ )/polyester	Traction - fatigue	[105, 106]
Verre/epoxy	Flexion	[89, 107]
Chanvre mat/polyester	Traction - flexion - fatigue	[105, 108]
Chanvre mat + verre/polyester	Traction	[109]
Chanvre/epoxy	Traction - flexion - fatigue	[53, 89]
Basalte + verre/vinylester	Flexion	[110]
Basalte/epoxy	Flexion	[89]
Kenaf/polyester	Traction	[111]
Kevlar/epoxy	Traction	[74]
Lin (tissé et non-tissé)/epoxy	Traction - flexion - compression	[88, 89, 97, 101]
Lin/Polyamide	Traction - compression	[112]
Lin/PLA	Compression	[113]
Lin/Polyester	Impact	[114]

Tableau 1.7 – Essais de post-impact réalisés sur des matériaux composites

On peut constater que les publications concernant les composites à fibres synthétiques, et notamment le carbone, sont nombreuses dans le domaine du post-impact. On trouve également plusieurs travaux concernant l'étude de l'impact et du post-impact de composites avec des renforts hybrides, tels que du basalte/verre [110], du jute/verre [73, 104] ou même l'association de trois renforts différents comme par exemple lin/chanvre/basalte ou verre/lin/basalte [89]. En revanche, cela reste plus rare pour ce qui est des composites à base de fibres naturelles et en particulier le lin, mais des publications le concernant ont commencé à apparaître au cours des dernières années [89, 97, 112], que ce soit avec une matrice epoxy ou avec d'autres matrices comme le polyamide, le PLA et le polyester.

#### 1.4.1 Traction résiduelle

Une première méthode pour mesurer l'effet de l'impact sur les propriétés mécaniques du composite est l'essai de traction. Grâce à cet essai, on peut déterminer l'influence de l'impact sur le module d'Young ainsi que la contrainte à rupture résiduelle du matériau. Ces valeurs sont dépendantes de l'énergie d'impact et l'évolution de ces paramètres en fonction de l'énergie d'impact ont déjà été étudiées [70, 106, 115], notamment par Richardson et Wisheart [96] qui ont établi une

courbe représentant l'évolution de la traction résiduelle en fonction de l'énergie d'impact partagée en trois phases différentes, comme présenté dans la figure 1.19.

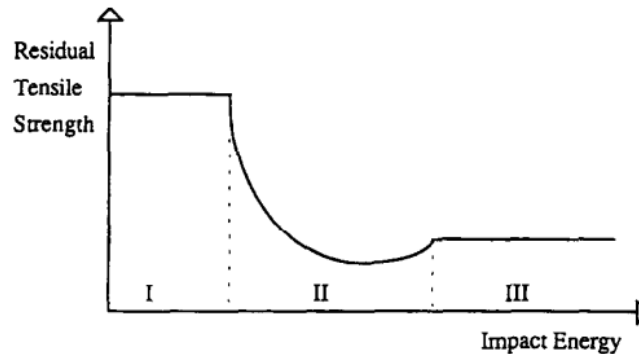


Figure 1.19 – Evolution de la contrainte résiduelle à rupture en fonction de l'énergie d'impact [96]

Dans la région *I*, il n'y a pas d'endommagement tant que l'énergie d'impact se situe en-dessous de la valeur du seuil d'initiation de l'endommagement. Une fois ce seuil atteint, la contrainte résiduelle diminue rapidement jusqu'à une valeur minimale tandis que l'endommagement croît (région *II*). Enfin, dans la région *III*, on observe une valeur constante de la contrainte résiduelle. Cela signifie que l'énergie d'impact était suffisamment élevée pour qu'une perforation laissant une ouverture nette (l'impacteur traversant complètement le matériau) apparaisse. Dans ce cas, la contrainte résiduelle correspond à celle d'un matériau avec un trou dont la taille est celle du diamètre de l'impacteur. La valeur minimum de la contrainte résiduelle se trouve dans la région *II* et est inférieure aux valeurs que l'on trouve dans la région *III* car l'endommagement se développe sur une plus grande surface que pour des impacts avec des énergies plus élevées, où l'endommagement est plus localisé [116].

Auparavant, Caprino [117] avait également développé un modèle permettant de prédire la contrainte résiduelle après impact sur des matériaux composites renforcés en fibres de carbone, mais uniquement dans les régions *I* et *II*. Pour déterminer la valeur de la contrainte résiduelle, la formule 1.9 est utilisée. La figure 1.20 montre les résultats expérimentaux ainsi que l'évolution théorique de la courbe en utilisant la formule définie par Caprino, tout en différenciant les endommagements d'impact en 3 parties : impact non visible (triangles noirs sur la figure), impacts visibles (triangles blancs) et impacts causant la pénétration de l'échantillon (triangles bicolores).

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_0} = \left( \frac{U_0}{U} \right)^\alpha \quad (1.9)$$

où  $\sigma_r$  est la contrainte résiduelle après impact,  $\sigma_0$  la contrainte à rupture pour le même matériau non impacté,  $U_0$  l'énergie de premier endommagement (c'est-à-dire l'énergie maximale que le matériau peut supporter sans que cela ne dégrade ses propriétés mécaniques),  $U$  l'énergie d'impact qu'a subi le matériau avant l'essai de traction et  $\alpha$  un paramètre à déterminer expérimentalement. Cette équation n'est valide que dans le cas où  $U \geq U_0$ . Dans le cas contraire,  $\sigma_r$  est tout simplement égal à  $\sigma_0$  puisque l'énergie d'impact n'était pas suffisamment élevée pour endommager le matériau et dégrader ses propriétés.

Habibi et al. [101] ont travaillé sur la traction post-impact de composites non-tissés lin/epoxy. Ils ont testé plusieurs énergies d'impact : 4, 6, 8, 10, 12 et 14 J. Ils ont ensuite réalisé des essais de traction post-impact, et ont déterminé un comportement type des composites non-tissés lin/epoxy

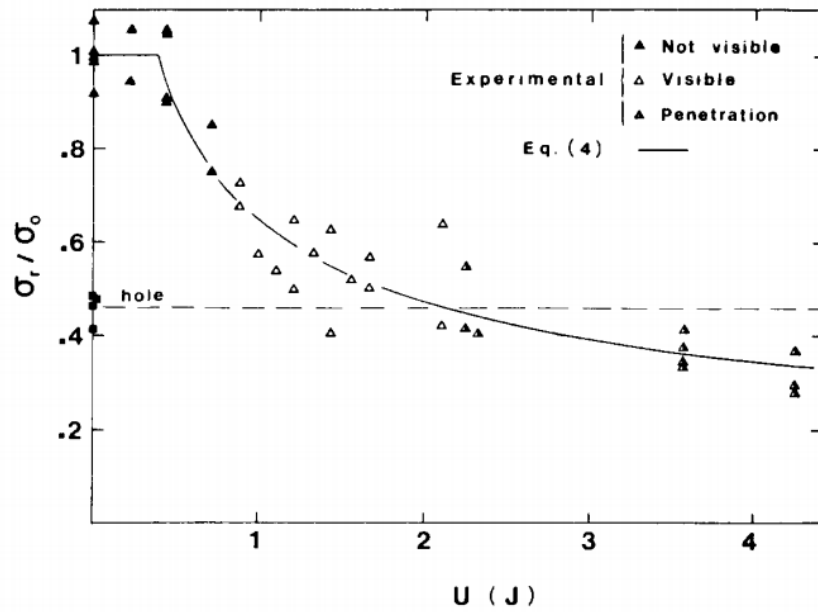


Figure 1.20 – Evolution de la contrainte résiduelle à rupture normalisée ( $\frac{\sigma_r}{\sigma_0}$ ) en fonction de l'énergie d'impact ( $U$ ) pour des composites à base de fibres de carbone - confrontation des résultats expérimentaux et courbe théorique [117]

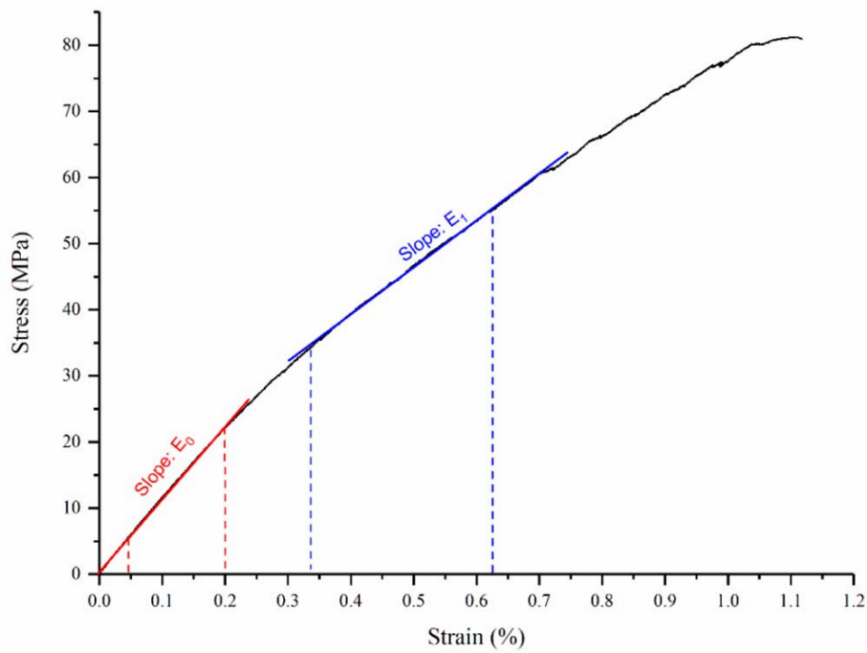


Figure 1.21 – Courbe contrainte/déformation typique d'un essai de traction sur un composite non-tissé lin/epoxy [101]

avec l'observation d'une première pente correspondant au module d'Young initial noté  $E_0$ , puis un changement de pente autour d'une déformation de 0.25% et 0.3%, correspondant à un second module noté  $E_1$  sur la courbe contrainte/déformation (figure 1.21). Leurs résultats sont présentés sur la figure 1.22, avec les courbes contraintes/déformations en traction des échantillons impactés et non-impactés (figure 1.22a), et l'évolution des propriétés résiduelles telles que le module (figure 1.22b) et la contrainte à rupture (figure 1.22c). Les pertes de propriétés sont assez importantes pour de faibles énergies d'impact, et progressent assez rapidement, jusqu'à se stabiliser vers une perte de propriétés de l'ordre de 70% au niveau des modules et de l'ordre de 75% pour les contraintes à rupture.

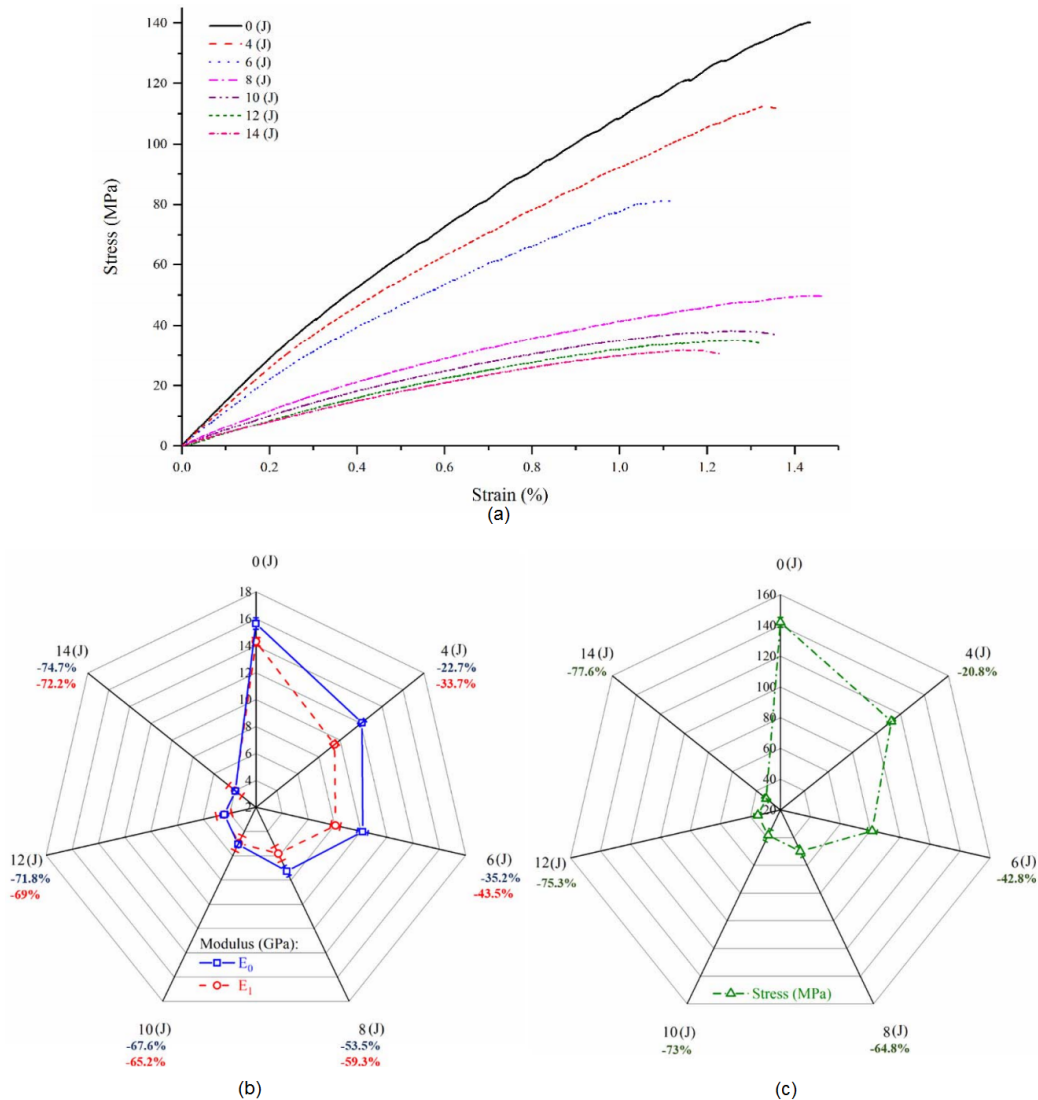


Figure 1.22 – (a) Courbes contrainte déformation de composites non tissés lin/epoxy non-impactés et impactés testés en traction et évolution de (b) leur module et (c) leur contrainte à rupture [101]

#### 1.4.2 Flexion résiduelle

La flexion après impact, bien que moins courante, est également un essai qui permet d'obtenir des informations intéressantes et est considérée comme une bonne alternative aux essais de compression après impact communément utilisés dans les domaines de l'aéronautique et du spatial [118, 119]. En effet, l'impact sur des composites à base de fibres végétales crée des fissures dans toute l'épaisseur, ce qui peut affecter particulièrement leur résistance en flexion, tout comme

la résistance en traction [88]. Il a été montré que le module de flexion ainsi que la résistance à la flexion diminuaient avec l'augmentation de l'énergie d'impact pour des matériaux tels que des composites verre/epoxy, tandis que des matériaux fragiles comme un composite graphite/epoxy ne subissaient aucune perte au niveau de leurs propriétés mécaniques avant la rupture complète du matériau [96, 120].

La figure 1.23a présente les résultats obtenus par De Rosa et al. [108] lors d'une étude post-impact de composites à base de fibres de chanvre non-tissées. Les essais de flexion ont été réalisés avec un dispositif de flexion 4 points. Les échantillons ont été impactés avec des énergies de 12, 16 et 20 J, ces valeurs correspondant respectivement à 30, 40 et 50% de l'énergie de perforation du matériau étudié, qui était d'environ 40 J. Pour un échantillon impacté à la moitié de l'énergie de perforation, les auteurs notent une perte de propriétés d'environ 20% en ce qui concerne le module de flexion tandis que la perte de résistance est de l'ordre de 23%. Cela peut suggérer que les endommagements causés par les chocs produisent un nombre important de ruptures de fibres, ainsi que du délaminage. Si l'interface fibre/matrice est assez saine, l'effet de l'impact sur la rigidité du matériau reste néanmoins plus faible.

La figure 1.23b présente le même type de résultats sur une étude de Santulli [121] sur le comportement en post-impact de composites jute/polyester. Les résultats obtenus en flexion 3 points montrent une évolution un petit peu différente de celle obtenue dans l'étude de De Rosa et al. puisque la résistance en flexion semble rester constante à partir d'une énergie d'impact d'environ 5 J, signifiant que l'endommagement causé par l'impact est très significatif à partir d'une faible valeur, et par la suite, le matériau garde un même niveau de résistance en fonction de l'énergie d'impact qui augmente.

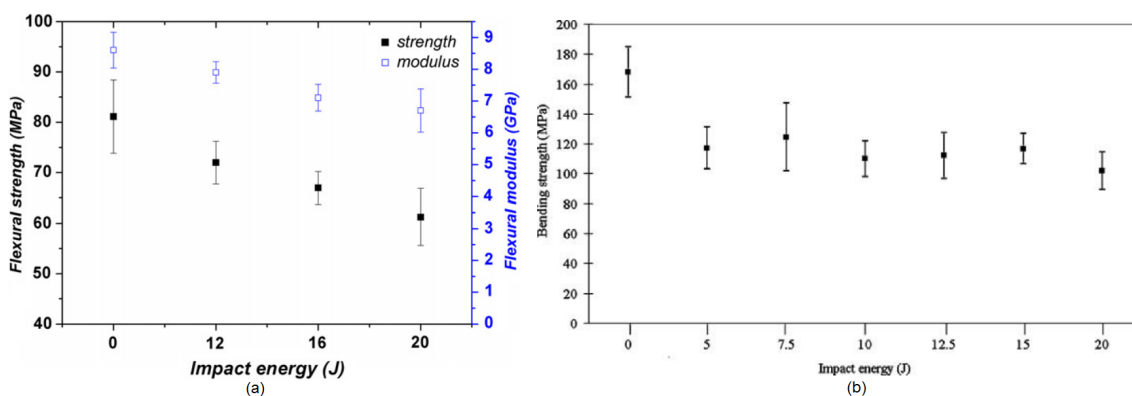


Figure 1.23 – (a) Résistance en flexion (carrés noirs) et module de flexion (carrés bleus) pour des composites non-tissés chanvre/epoxy non-impactés et impactés à 12, 16 et 20 J [108] et (b) résistance en flexion de composites tissés jute/polyester non-impactés et impactés [121]

L'étude de Bensadoun et al. [88], déjà citée précédemment, s'intéresse au comportement post-impact en flexion de composites à base de fibres de lin avec différentes matrices (MAPP ou epoxy) et différentes architectures de tissus. Les échantillons ont été préalablement impactés avec une énergie de 1.55 J par mm d'épaisseur. La contrainte résiduelle après impact a été mesurée pour chaque type de composite et comparée à la contrainte à rupture sans impact. Les résultats montrent de moins bonnes propriétés des composites avec une matrice MAPP, mais les propriétés en flexion de ces derniers ne sont pas affectées par l'impact, tandis que la résistance en flexion des composites avec une matrice epoxy perdent une partie de leurs propriétés suite à l'impact, même si cela reste assez limité (entre 9 et 21% de perte). Les propriétés des composites avec matrice epoxy restent néanmoins nettement supérieures à celles des composites à matrice MAPP, malgré l'impact.

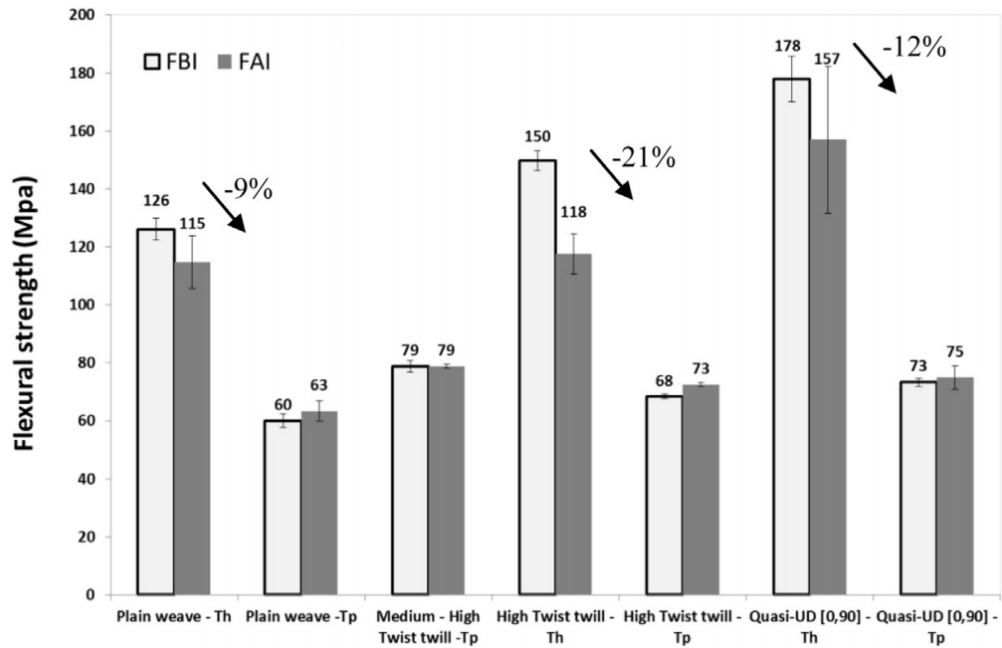


Figure 1.24 – Evolution de la contrainte résiduelle en flexion avant (FBI) et après impact (FAI) pour les différents types de composites (Th : matrice epoxy, Tp : matrice MAPP) à base de fibres de lin (architectures : tissés, sergés et quasi-UD) [88]

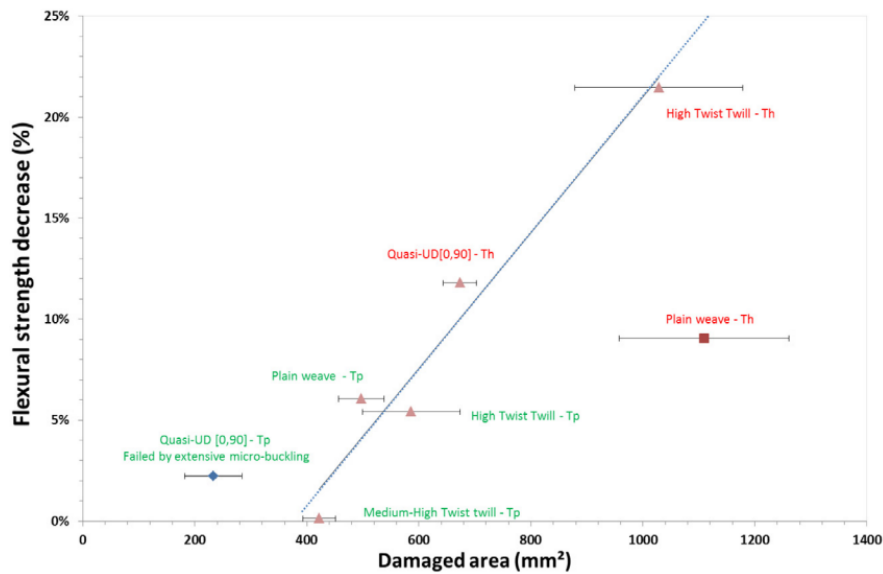


Figure 1.25 – Diminution de la contrainte résiduelle en flexion après impact en fonction de l'aire endommagée [88]

De plus, les auteurs ont tracé la courbe indiquant la diminution de la contrainte résiduelle en flexion après impact en fonction de l'aire endommagée (figure 1.25) et ont déterminé que plus l'aire endommagée était grande, et plus la perte de contrainte résiduelle augmentait. Ce résultat est valable sur l'ensemble des matériaux testés, mis à part le composite avec un renfort en toile de lin (plain weave) et une matrice epoxy, où l'aire endommagée est large, mais la perte de propriétés n'est pas trop importante. De même, le renfort quasi-UD associé à la matrice MAPP semble être



peu endommagé, avec la plus faible aire d'endommagement, mais perd néanmoins des propriétés en flexion. Cette perte peut s'expliquer par des micro-flambements qui apparaissent sur le côté compressé, probablement en lien avec la faible rigidité de la matrice et l'absence de tissage.

### 1.4.3 Fatigue résiduelle

L'essai de fatigue consiste à appliquer un chargement cyclique, caractérisé par un niveau de chargement appliqué, un rapport de charge et une fréquence d'essai. La fatigue résiduelle va permettre de déterminer la durée de vie qu'il reste au matériau après qu'il ait été impacté mais également de pouvoir comparer les performances du matériau impacté avec celles du matériau sain et non impacté. Pour cela, on compare en général les courbes de Wöhler ou courbes S-N (Stress-Number of cycles) d'éprouvettes non impactées et impactées, courbes obtenues à l'aide de la contrainte appliquée et le nombre de cycles à rupture. Les essais de fatigue peuvent être basés sur différents types d'essais, comme l'essai de traction, l'essai de compression ou l'essai de flexion 3 points.

Que ce soit en traction, en compression ou en flexion, un impact génère une diminution de la durée de vie du matériau. Pour chaque niveau d'énergie d'impact, il est possible de normaliser la contrainte appliquée par la contrainte à rupture résiduelle correspondante. Il a été montré dans plusieurs études, réalisées sur des matériaux différents (chanvre/polyester, verre/polyester, carbone/epoxy), qu'en superposant tous les points obtenus, on obtient une seule et même courbe S-N pour les éprouvettes impactées et non impactées [102, 105, 106]. Ce résultat signifie que l'on peut déterminer la courbe S-N post-impact du matériau étudié à partir de la contrainte à rupture résiduelle du composite endommagé et de la courbe S-N du composite sain [55].

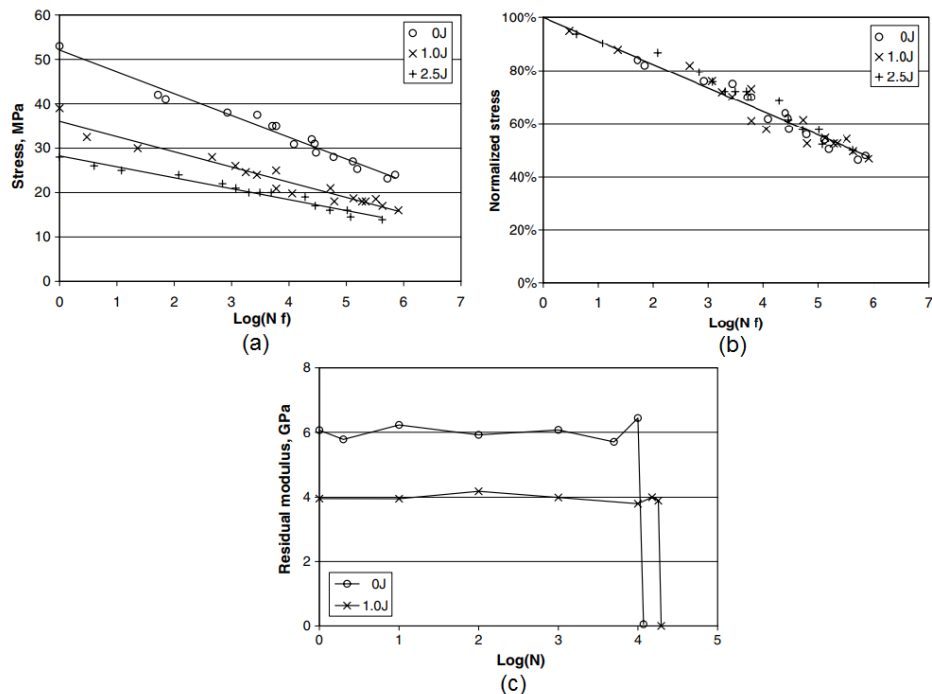


Figure 1.26 – (a) Courbes S-N obtenues avec des composites à base de fibres de chanvre avant impact (0 J) et après des impacts de 1 et 2.5 J, (b) courbes S-N normalisées pour des composites à base de fibres de chanvre avant et après impact et (c) évolution des modules durant les cycles de fatigue pour des composites à base de fibres de chanvre non-impactés et impactés [105]

La figure 1.26 issue d'une étude réalisée par Yuanjian et al. [105] illustre ce phénomène. La



figure 1.26a montre l'évolution des courbes S-N sur un essai de fatigue en traction sur des composites chanvre/polyester, avec des échantillons ayant été impactés ou non. Les énergies d'impact étaient de 1 et 2.5 J. Les auteurs ont ensuite normalisé la contrainte pour créer la figure 1.26b qui montre que, si les contraintes sont normalisées, les courbes se superposent et sont équivalentes. Enfin, la figure 1.26c montre l'évolution du module en fatigue, en comparant les échantillons non impactés et les échantillons impactés pour un niveau de contrainte en fatigue imposé à 60% de la contrainte à rupture des échantillons. Le module reste constant sur toute la phase de fatigue, que ce soit pour les matériaux impactés ou non impactés, puis chute brutalement lors de la fin de l'essai, c'est-à-dire à la rupture du matériau. Il est à noter que l'impact cause une diminution importante du module du matériau dès le début, puisque sa valeur est d'environ 6 GPa pour l'échantillon sain, tandis qu'elle chute à 4 GPa (soit une baisse de 33%) pour l'échantillon impacté avec une énergie de 1 J.

## 1.5 Utilisation de la corrélation d'images numériques et de l'imagerie rapide dans le cadre de l'étude de matériaux composites

Il existe plusieurs techniques permettant la mesure sans contact de la déformation de matériaux. Les quatre techniques principales sont les suivantes : la méthode de la grille [122–124], l'interférométrie de moiré [125–127], l'interférométrie de speckle [128–130] et la corrélation d'images numériques. Dans cette étude, seule cette dernière technique sera détaillée et exploitée, puisque le laboratoire SYMME a de l'expertise dans ce domaine.

Des caméras rapides ont souvent été utilisées pour comprendre les impacts balistiques et pour différents types de composites [120]. De plus, l'utilisation d'un banc stéréoscopique avec deux caméras synchronisées permet d'observer des déplacements et des déformations dans l'espace. Cette technique est dénommée Stereo Image Correlation (SIC). L'utilisation d'une seule caméra ne permet d'obtenir des informations que dans le plan. On parle alors de Digital Image Correlation (DIC). En effet, un appareil-photo ou une caméra transforme un objet tridimensionnel en une image 2D, en perdant la profondeur [131, 132]. Pour récupérer toutes les informations en 3D, il est nécessaire d'utiliser un second appareil dont la direction est non colinéaire avec celle du premier et de connaître leurs positions respectives. A partir d'une phase de calibrage et de l'utilisation de la technique de triangulation, cette méthode permet d'obtenir des informations plus pertinentes que les capteurs traditionnels. L'efficacité de la SIC a été démontrée dans plusieurs travaux étudiant l'impact sur les matériaux composites, que ce soit pour des impacts balistiques ou des impacts basse vitesse [133, 134]. Cependant, son utilisation reste assez rare dans l'étude des composites à fibres végétales, alors qu'elle peut s'avérer particulièrement intéressante, notamment dans le fait que cette technique ne nécessite pas de contact avec l'échantillon. Elle est de plus non-destructrice et permet d'avoir des mesures de déplacement et de déformation des matériaux avec une grande précision.

### 1.5.1 Dans l'étude des matériaux composites à fibres synthétiques

Les techniques de corrélation d'image numérique ainsi que de stéréo corrélation sont déjà utilisées dans plusieurs travaux sur les composites à fibres synthétiques, que ce soit pour l'analyse d'essais d'impact, ou de traction par exemple, ainsi que pour étudier la propagation de fissures et le développement des endommagements dans les matériaux [133, 135–137].

La technique de DIC a déjà été utilisée pour des essais de traction, notamment par Godara et Raabe [135]. Un appareil-photo prenait une photo toutes les secondes lors de l'essai d'impact. A partir des images récupérées, les auteurs ont pu réaliser une cartographie des déplacements par DIC lors de l'essai sur un composite à base de fibres de verre en tissu à armure simple (taffetas) et d'une matrice epoxy, comme illustré dans la figure 1.27. Grâce à ce type de cartographie, le comportement du matériau a pu être étudié plus en détails, et l'intégrité du matériau a donc pu être mieux investiguée. Les auteurs ont également noté une bonne corrélation entre la distribution de la déformation appliquée sur une échelle mésoscopique et la microstructure du matériau. De même, Goidescu et al. [136] se sont également intéressés au comportement en traction de matériaux composites à base de fibres de carbone. Ils ont couplé la technique de DIC avec de la thermographie infrarouge ainsi que de la tomographie pour mieux étudier les modifications et endommagements subis par le matériau au cours de l'essai et après l'essai.

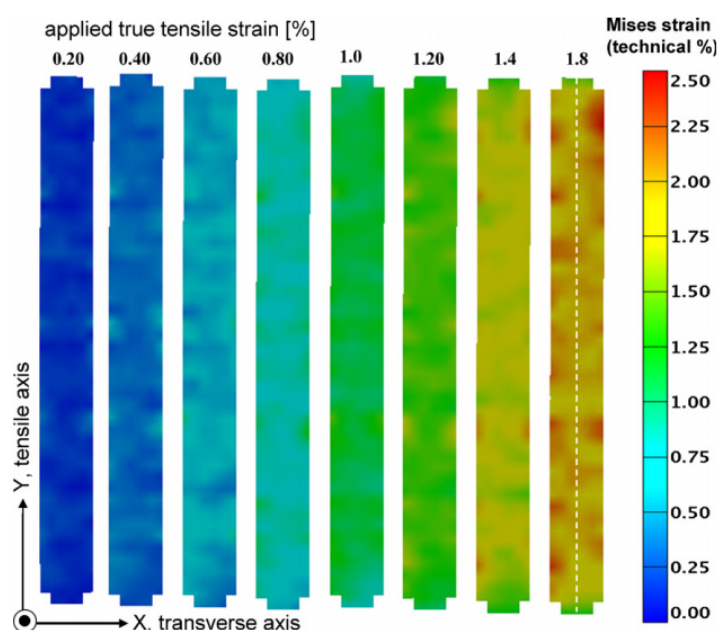


Figure 1.27 – Distribution des déformations de Von Mises au cours de l'essai de traction en fonction de la déformation de traction imposée, montrant la formation d'hétérogénéités de déformations dans le matériau [135]

Lee et al. [137] ont quant à eux réalisé des essais d'impact basse vitesse sur un UD graphite/epoxy. L'impact n'était cependant pas réalisé sur la face de l'échantillon, mais sur sa tranche, et l'échantillon était entaillé sur la tranche opposée à l'impact. Une caméra rapide était positionnée en face de la surface de l'échantillon, comme le montre la figure 1.28. Deux lampes étaient positionnées à côté de l'échantillon et se déclenchaient lorsque l'impacteur touchait la bande de cuivre positionnée sur l'échantillon, permettant d'identifier le moment de l'impact. A partir des images récupérées, les auteurs ont utilisé la DIC et de la photographie rapide pour étudier l'initiation de l'endommagement et la propagation des fissures dans le composite, tout en étudiant l'influence de l'orientation des fibres dans la propagation de la fissure. A partir des images, ils ont pu réaliser des cartographies des contours de déplacements, comme celles présentées sur la figure 1.29. La figure ne présente les déplacements que pour une image, mais il est possible d'obtenir ces résultats pour chaque image, et ils sont ainsi parvenus à mesurer l'évolution de la taille de la fissure au cours du temps.

Enfin, Flores et al. [133] ont utilisé la technique de stéréo-corrélation d'images numériques

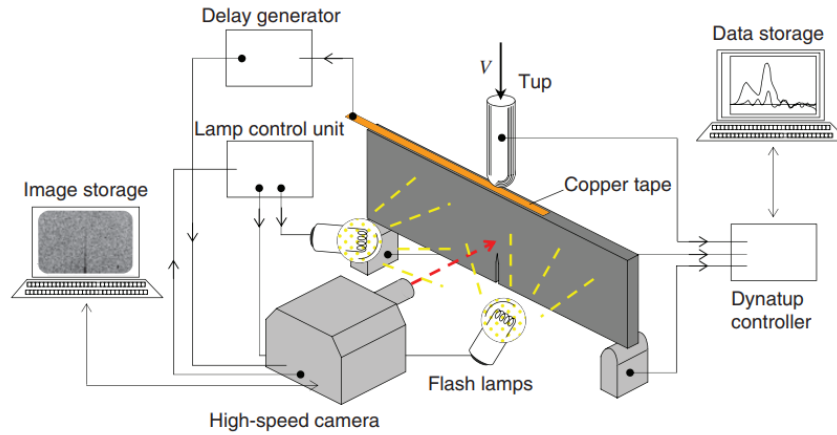


Figure 1.28 – Dispositif expérimental de l'essai d'impact de Lee et al. avec une caméra rapide pour faire de la corrélation d'images numériques et de l'imagerie rapide [137]

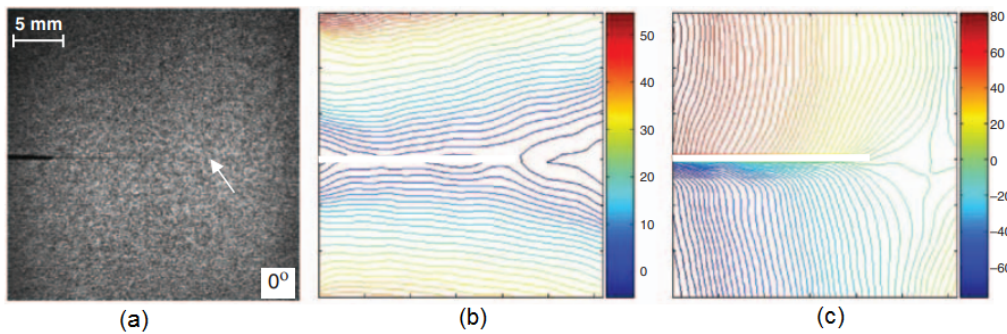


Figure 1.29 – (a) Photographie d'un échantillon avec des fibres orientées à  $0^\circ$  au cours de l'impact ( $28 \mu\text{s}$  après l'impact); la flèche indique l'avancement de la fissure et la zone noire correspond à la fissure initiale, (b) contours de déplacements perpendiculaires à l'impact (champ  $u$ ) et (c) contours de déplacements suivant la direction de l'impact et l'ouverture de la fissure (champ  $v$ ) - la barre de couleur indique les déplacements en  $\mu\text{m}$  [137]

(SIC) ainsi que la photographie rapide pour analyser des impacts faible vitesse sur des plaques composites à base de polymères renforcées en fibres de carbone avec différentes orientations. L'énergie d'impact définie lors de cette étude était de 10 J. Les phénomènes apparaissant sur la face opposée à l'impact ont pu être observés et étudiés, en particulier l'initiation et la propagation des fissures, et les déplacements et déformations ont pu être obtenus à l'aide de la SIC. La corrélation d'images fournit plus de données sur ce qui se passe sur la face opposée à l'impact qu'une instrumentation classique. Les auteurs ont comparé les résultats de la SIC avec des analyses en profilométrie optique et ont obtenu une bonne correspondance, montrant ainsi la fiabilité de cette technique, comme le prouve la figure 1.30. En effet, les résultats affichés pour chaque plaque montrent à la fois la mesure par SIC (en bleu) et les mesures par profilométrie sur la face opposée à l'impact (en rouge), qui correspond à la mesure de la SIC et la face impactée (en vert). La technique de corrélation a également permis de détecter des modifications subtiles dans les déplacements et les contours des déformations principales lors de moments importants tels que l'initiation de l'endommagement dans le matériau, fournissant par conséquent des informations très intéressantes.

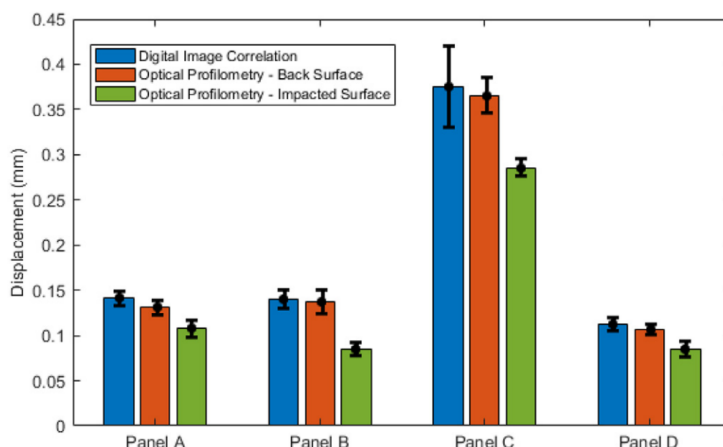


Figure 1.30 – Comparaison entre la mesure de déplacement maximal hors-plan lors d'un impact obtenue par SIC (sur la face opposée à l'impact, en bleu) et les mesures obtenues par profilométrie sur la face opposée à l'impact (en rouge) et la face impactée (en vert) [133]

La figure 1.31 montre les champs de déplacement hors-plan obtenus par SIC d'un échantillon lors de l'impact à deux instants différents. Une fissure transverse peut également être observée au centre de chaque image. Elle a une taille d'environ 23 mm sur la première image, tandis qu'elle se propage et atteint une longueur approximative de 75 mm sur la seconde image, qui correspond à la fin de l'impact. Des plis de ce composite sont orientés à 45°, et cela peut ainsi expliquer l'orientation de la fissure.

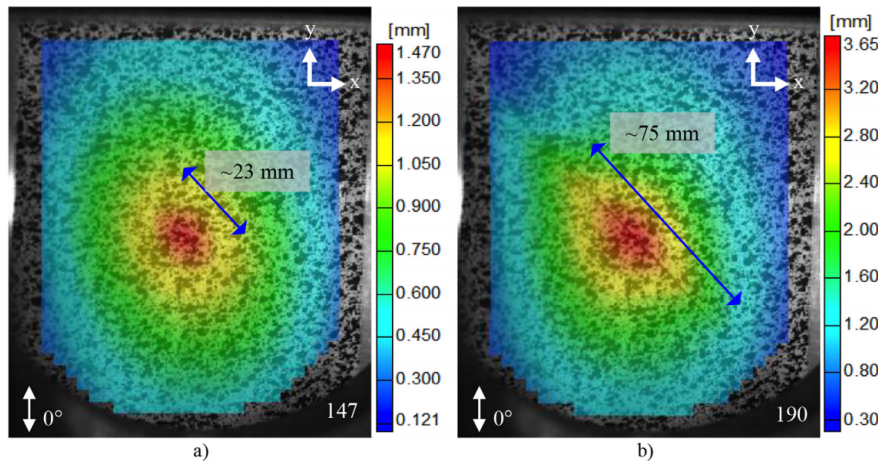


Figure 1.31 – Champs de déplacement hors-plan obtenu par SIC d'un échantillon pris à 2 instants de l'impact, montrant également l'évolution d'une fissuration matricielle transverse après (a) son initiation et sa propagation au cours du temps jusqu'à (b) la fin de l'impact [133]

### 1.5.2 Dans l'étude des matériaux composites à fibres végétales

Au cours des dernières années, des travaux combinant l'utilisation de techniques d'imagerie telles que la DIC ont également été amorcées dans le cadre de l'étude de matériaux composites à fibres végétales [12, 53, 90, 138], même si cela reste encore peu développé. Généralement, les essais utilisant ces techniques sur les composites à fibres végétales se cantonnent plutôt à des essais de traction.

Ainsi, Elouaer [138] fait mention dans sa thèse d'essais de traction associés à de la corrélation d'images numériques pour déterminer le coefficient de Poisson de composites polypropylène/chanvre. Les résultats obtenus avec cette technique ont une bonne précision et l'évolution de la déformation longitudinale en fonction de la déformation transverse est bien linéaire, permettant d'obtenir une valeur correcte du coefficient de Poisson. De même, De Vasconcellos [53] utilise aussi la technique de corrélation d'images numériques pour étudier le comportement de composites tissés chanvre/epoxy lors d'essais de traction.

Sarasini et al. [90], quant à eux, ont utilisé la DIC sur des essais de traction réalisés sur des éprouvettes avec renfort hybride carbone/lin et matrice epoxy après impact, les éprouvettes ayant préalablement été impactées avec une énergie de 10 J. L'appareil-photo est positionné face à la tranche de l'échantillon. La figure 1.32 montre l'évolution des champs de déformations longitudinaux au cours de l'essai de traction pour les différents hybrides, qu'ils soient impactés ou non. La DIC a permis de mettre en évidence les principaux endommagements se déroulant dans les composites hybrides durant les essais de traction, et en particulier les fissurations dans les plis en carbone orientés à 90° et des délaminages.

Liang et al. [12] ont également utilisé cette technique dans une étude visant à caractériser l'influence du procédé de thermocompression et la dégradation thermique des fibres sur les propriétés mécaniques de composites avec des renforts de lin tissés et une matrice polyamide. La DIC a été utilisée pour mesurer les champs de déformations longitudinaux lors d'essais de traction. Les auteurs ont en effet jugé que cette méthode était la plus précise pour la mesure des déformations et pour calculer le module d'Young du matériau. La figure 1.33 indique les champs de déformation ainsi que les courbes contrainte/déformation obtenues avec la DIC. Les résultats sont variables selon le choix de la position des jauges virtuelles pour les résultats de la DIC et l'extensomètre



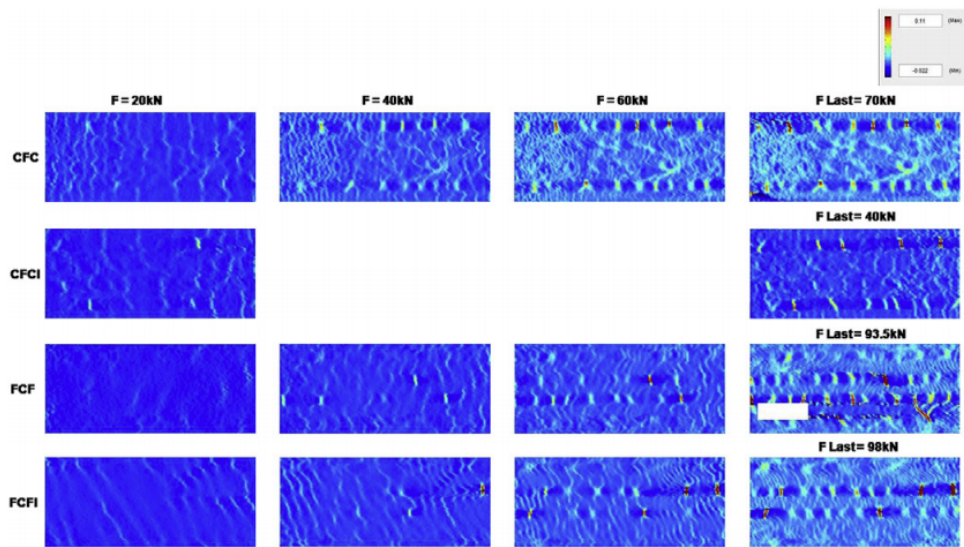


Figure 1.32 – Comparaison des champs de déformations longitudinaux pour des composites hybrides carbone/lin non-impactés et impactés à 10 J (avec les empilements suivants : CFC : carbone/lin/carbone, CFCI : CFC impacté, FCF : lin/carbone/lin et FCFI : FCF impacté) [90]

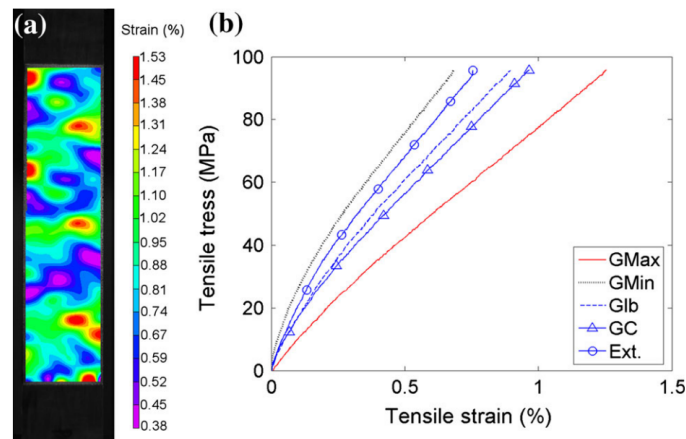


Figure 1.33 – Mesure des déformations en traction à l'aide de différentes méthodes : (a) Champs de déformations longitudinaux obtenus par DIC et (b) courbes contrainte/déformation lors de l'essai de traction obtenues avec différentes méthodes : DIC (avec des jauges virtuelles donnant les déformations maximales ( $G_{max}$ ) et minimales ( $G_{min}$ ), ainsi que la moyenne ( $G_{lb}$ ) et les déformations au centre ( $GC$ ) et extensomètre ( $Ext$ )) [12]

affiche des déformations moins importantes que la jauge globale (technique de DIC) en raison de l'influence d'une zone de faibles déformations. Cette différence dans la mesure de la déformation peut affecter les propriétés mécaniques obtenues au travers de ces courbes, et en particulier lorsque l'on souhaite mesurer le module d'Young. Les auteurs ont par conséquent travaillé avec des zones d'étude différentes (choisies aléatoirement) et en choisissant des tailles de jauge variables. Les auteurs ont ainsi déterminé que plus la taille de la jauge est importante, moins l'erreur est élevée. Le choix des auteurs s'est donc porté sur l'utilisation d'une grande jauge pour déterminer le comportement global du matériau. L'utilisation de petites jauges peut néanmoins être intéressante pour obtenir des informations précises du comportement local du matériau.

Enfin, une étude récente de Puech et al. [139] s'intéresse au comportement à l'impact de biocomposites chanvre/polypropylène en utilisant une technique d'imagerie rapide. Bien que la technique de corrélation d'images ne soit pas utilisée dans cette étude, les résultats obtenus par la caméra sont déjà particulièrement intéressants puisqu'ils permettent d'associer les informations obtenues au travers de l'instrumentation de la tour de chute et les images enregistrées par la caméra située en face d'un miroir positionné en-dessous de la face opposée à l'impact de l'échantillon. L'objectif de cette étude était de suivre l'évolution des fissures et leur propagation au cours de l'impact et relier ces phénomènes aux courbes force/déplacement pour différents niveaux d'énergie. La synchronisation de la caméra avec le dispositif d'instrumentation de la machine de traction permettent d'identifier les moments clés de l'impact et de faire un lien entre les images et la courbe force/temps notamment (figure 1.34).

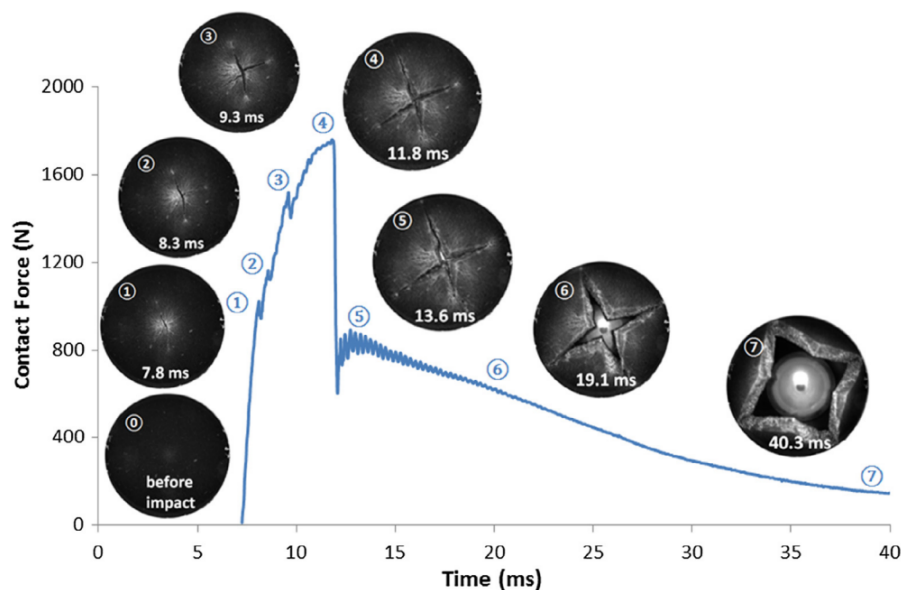


Figure 1.34 – Courbe force/temps lors d'un essai d'impact (énergie d'impact : 12 J) et images de la face opposée à l'impact associées aux différents événements [139]

Ainsi, l'image 0 est prise avant l'impact, l'image 1 correspond à une augmentation soudaine de la longueur de la fissure qui apparaît en même temps que la première diminution de la force. Les images 2 et 3 correspondent respectivement à la seconde et à la troisième baisse de la force, qui sont dues, selon les auteurs, à l'apparition de nouvelles fissures et à la propagation de celles déjà initiées auparavant. L'image 4 coïncide avec le pic de force qui est suivi d'une forte diminution de la force, correspondant à la rupture totale du matériau et à l'instant où l'une des fissures atteint le bord (zone maintenue de l'éprouvette). Enfin, les images 5, 6 et 7 sont reliées à la diminution légère de la force qui se déroule lorsque l'impacteur perce complètement le matériau, en écartant

les 4 triangles formés après la propagation complète des fissures.

En conclusion, des travaux utilisant des techniques d'imagerie pour l'étude de matériaux composites à fibres végétales existent déjà, mais restent encore rares. Pourtant, leur intérêt n'est plus à démontrer, comme le prouvent ces différentes études puisque cette technique apporte de nombreux éléments d'information sur le comportement mécanique des composites, que ce soit en traction ou en impact. L'utilisation de caméras rapides est d'autant plus intéressante qu'elle permet d'avoir une vision en temps réel de la propagation de l'endommagement. C'est pourquoi l'exploitation de ces techniques de corrélation d'images et d'imagerie rapide seront l'un des objectifs de ce travail.

## 1.6 Vieillessement hydrique des composites à fibres végétales

Malgré la quantité non négligeable d'avantages que présentent les fibres végétales, comme leurs propriétés mécaniques spécifiques intéressantes et leur biodégradabilité, elles possèdent aussi des inconvénients à considérer sérieusement si on souhaite les utiliser dans des matériaux composites. En effet, ces fibres sont particulièrement sensibles aux conditions climatiques et au milieu auxquels elles sont exposées. L'humidité peut notamment poser problème et remettre en cause le choix des fibres végétales face aux fibres synthétiques. Des travaux de recherche ont déjà été réalisés et se sont intéressés en particulier à l'influence de l'absorption d'eau sur le comportement des composites à fibres végétales, mais il peut être intéressant de comprendre le comportement séparé des matrices et des fibres avant de considérer le comportement des composites.

### 1.6.1 Comportement des matrices

Les polymères sont soumis à plusieurs modifications lorsqu'ils sont placés dans un environnement humide, que ce soit l'humidité ambiante ou une immersion dans l'eau.

2 mécanismes sont à l'oeuvre pour diffuser l'eau dans ce type de matériau [4] :

- L'eau est une molécule polaire, ce qui signifie qu'elle crée des liaisons H (Hydrogène) avec d'autres groupes polaires comme les groupes hydroxyles et les amines présents dans les résines epoxy [140]. Les molécules d'eau ayant créé ces liaisons sont ainsi dissoutes dans le matériau.
- Ces molécules d'eau sont en coexistence avec l'eau "libre", et par conséquent, d'autres molécules d'eau s'insèrent dans les microvides de la résine et se propagent par capillarité, mais elles ne participent pas aux interactions eau/matrice.

L'absorption d'eau dépend des caractéristiques de la résine, comme sa nature, la densité de son réseau, sa composition ainsi que du volume libre. Les conditions hygrothermiques, c'est-à-dire l'humidité et la température, sont également des paramètres importants à prendre en considération [141].

Après une absorption d'eau, le matériau a récupéré une certaine masse d'eau. Dans le cas de matrices epoxy, la prise de masse est de l'ordre d'un peu plus de 2% de la masse de l'échantillon, comme montré par Zafar et al. [142] qui ont immergé des échantillons de résine epoxy dans de l'eau déminéralisée pendant 40 jours à température ambiante (augmentation de 2.03%), ou Alamri et Low [143], qui ont fait un test similaire pendant 130 jours, mais avec des géométries d'éprouvettes différentes (augmentation de 2.21%). Suite à l'absorption d'eau, le matériau peut subir des



gonflements différentiels, de la plastification ainsi que de l'hydrolyse [144].

Le gonflement différentiel est causé par la non-homogénéité de la teneur en eau dans le matériau. En effet, l'eau commence à entrer par la couche externe de l'échantillon puis se diffuse ensuite dans la totalité du matériau, jusqu'à atteindre la saturation en eau. Avant la saturation, la teneur en eau n'est pas partout la même dans l'épaisseur du matériau, et cela modifie l'état de contrainte, en créant des contraintes de compression dans les parties externes tandis que la partie interne de l'échantillon est soumise à de la traction [140, 145]. En raison de ces contraintes, des endommagements microscopiques peuvent apparaître. Lorsque le matériau atteint la saturation, l'état de contrainte revient cependant quasiment à son état d'origine, montrant qu'un équilibre s'est formé et que l'eau et le gonflement se sont répartis homogènement dans le matériau [145]. La figure 1.35 illustre le phénomène de gonflement.

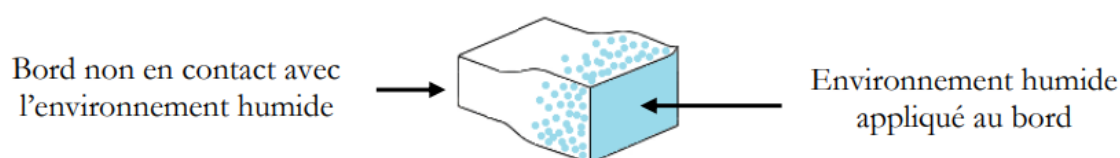


Figure 1.35 – Schématisation du gonflement d'un polymère en présence d'eau [146]

La plastification correspond à l'insertion de molécules d'eau au niveau des groupements polaires situés entre les chaînes de macromolécules de la résine [147]. Cela brise des liaisons et modifie par conséquent les propriétés mécaniques du matériau. Cela se caractérise généralement par une diminution du module d'Young et de la contrainte à rupture, ainsi que d'une augmentation de la déformation à rupture. De même, le phénomène de plastification a généralement pour conséquence une diminution de la température de transition vitreuse  $T_g$  [148–150]. Les propriétés physiques au voisinage de cette température ont une chute notable, et par conséquent, si  $T_g$  baisse, la chute des propriétés va apparaître à des températures plus faibles.

Enfin, l'hydrolyse correspond à une réaction chimique se produisant dans le matériau en présence d'eau. Les molécules d'eau réagissent avec les macromolécules du polymère et modifient ainsi sa structure, tout en réduisant la taille des chaînes. Les groupements qui peuvent être soumis à ce type de réaction sont variés : les esters, les amides, les imides, et parfois, les silicones et les polyéthers [147]. Ce phénomène modifie de manière irréversible la structure du réseau polymère et peut créer des endommagements permanents dans le matériau [151].

## 1.6.2 Comportement des fibres

Les fibres végétales sont généralement particulièrement hydrophiles, ce qui peut poser des problèmes. De plus, les résines sont plutôt hydrophobes et cela peut générer des difficultés lorsqu'il s'agit de la compatibilité entre les fibres. Par exemple, Symington et al. [152] ont testé la capacité d'absorption de différentes fibres végétales, et notamment des fibres de lin, jute et chanvre, les fibres étant en immersion dans l'eau pendant une semaine. Les résultats sont présentés dans la figure 1.36, qui donne le pourcentage d'augmentation du volume ainsi que l'augmentation de la masse des différentes fibres testées. Pour le lin, le jute et le chanvre, les résultats donnent respectivement des gains de masse de 120, 145 et 133%, montrant par conséquent la forte propension des fibres à absorber l'eau. La composition des fibres est un paramètre important de l'absorption d'eau. En effet, plus l'hémicellulose est présente dans les fibres, plus l'absorption d'eau sera importante. Dans le cas du lin, il y a entre 11 et 21% d'hémicellulose dans les fibres, comme précisé dans le

tableau 1.3 présenté au paragraphe 1.2.2.2. La quantité de cellulose et de lignine a également une influence, mais celle-ci reste moindre par rapport à la proportion d'hémicellulose [153].

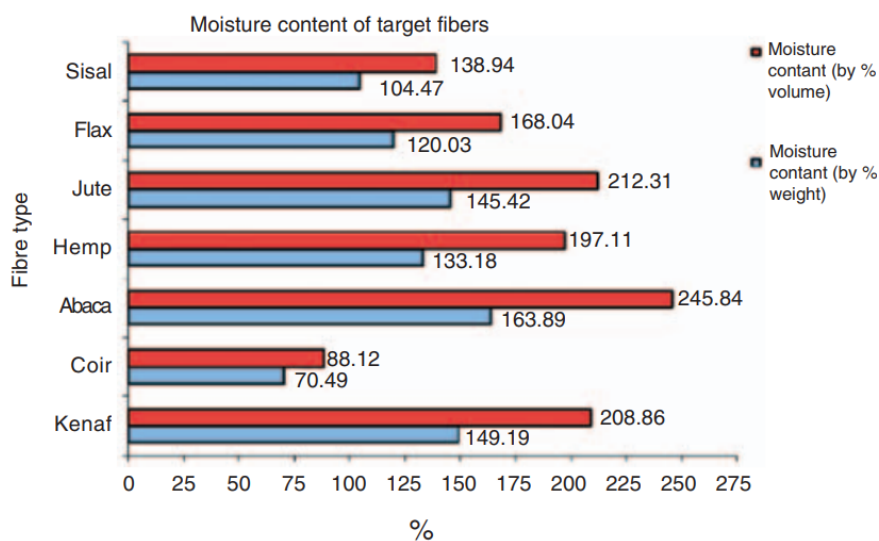


Figure 1.36 – Augmentation du volume (en rouge) et de la masse (en bleu) de différentes fibres végétales après une immersion dans l'eau d'une semaine [152]

De la même manière que pour les matrices, l'eau absorbée par les fibres peut causer des gonflements, ainsi que de la plastification et de l'hydrolyse [154]. Des traitements peuvent être appliqués aux fibres pour les rendre moins hydrophiles et limiter ainsi les dégradations pouvant être causées par la présence d'eau, mais ce n'est pas le cas des fibres étudiées dans ce travail, et il ne sera donc plus fait mention de ce type de solution par la suite.

### 1.6.3 Comportement des composites

Dans le cas des composites, les phénomènes observés dans les résines et les fibres se cumulent, et s'ajoutent à d'autres mécanismes causés par la spécificité du composite qui présente des interfaces fibre/matrice. Au niveau de ces interfaces, de la diffusion d'eau par capillarité, des gonflements différentiels ainsi que de la fissuration peuvent apparaître. Il est donc difficile de déterminer le comportement d'un composite à partir des comportements séparés de la résine et des fibres, puisque cela ne tient pas compte de ce qu'il peut se passer au niveau de l'interface fibre/matrice. C'est pour cette raison qu'il est particulièrement important d'étudier le vieillissement hydrique des composites, notamment lorsque les renforts sont des fibres végétales. En effet, les fibres végétales étant particulièrement sensibles à l'humidité, c'est un paramètre très important à prendre en compte si l'on souhaite pouvoir travailler avec de tels matériaux. De nombreux travaux ont montré que si l'on expose de manière prolongée un composite renforcé en fibre végétales à l'humidité et/ou à des températures élevées, ses propriétés mécaniques fluctuent significativement [155–168].

Dhakal et al. [157] ont étudié un composite renforcé en chanvre (renforts non tissés avec une orientation aléatoire) et une matrice réalisée avec un polyester insaturé. Les échantillons ont été immergés dans de l'eau désionisée à deux températures différentes : 25°C et 100°C. Des matériaux avec différentes fractions volumiques de fibres (0, 10, 15, 21 et 26%) ont également été testés. Après immersion, des essais de traction ainsi que des essais de flexion ont été réalisés pour déterminer l'évolution des propriétés mécaniques des échantillons suite à l'absorption d'eau. Il a été montré que plus la fraction volumique de fibres est élevée, plus il y a d'absorption, et plus les propriétés en traction et en flexion diminuent. La température avait également une influence sur

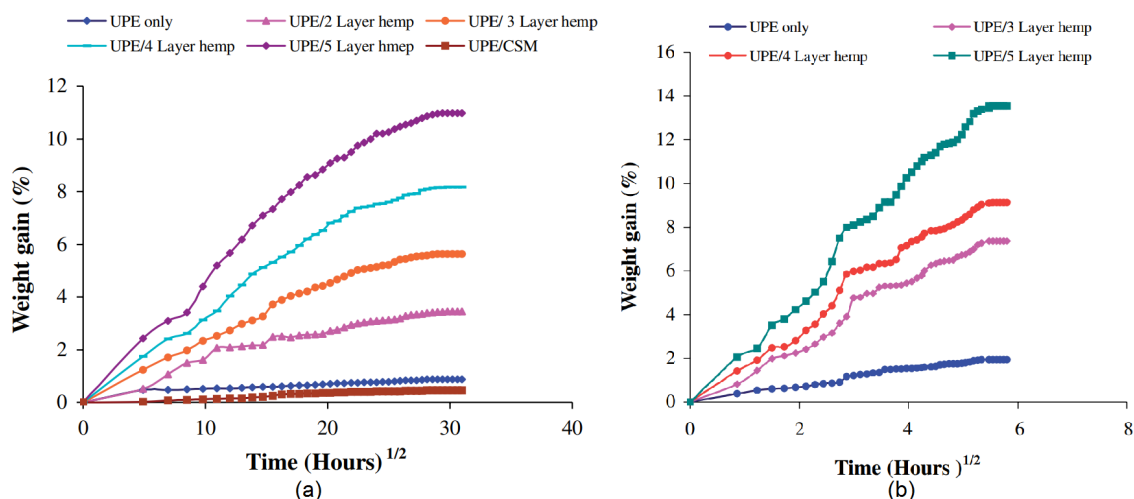


Figure 1.37 – Courbes d’absorption de composites renforcés en chanvre ou verre à (a) température ambiante et (b) 100°C [157]

la dégradation des propriétés mécaniques. De plus, un comportement fickien a été observé pour les courbes d’absorption d’eau des échantillons immergés dans de l’eau à température ambiante (figure 1.37a), mais ce n’était plus le cas pour une température plus élevée (proche de 100°C), comme montré dans la figure 1.37b.

Panthapulakkal et al. [161] ont quant à eux étudié des composites moulés par injection à base de fibres courtes de chanvre et verre couplés avec une matrice en polypropylène. L’objectif était de réduire l’absorption d’eau causée par la présence des fibres végétales en ajoutant des fibres de verre aux fibres de chanvre pour améliorer les propriétés en traction, flexion et impact du matériau vieilli. Le caractère hydrophobe des fibres de verre a ainsi permis une réduction de l’absorption d’eau dans le composite hybride. Néanmoins, lors d’une immersion prolongée, une réduction de la résistance et module d’Young des composites a été observée, que ce soit pour les composites avec uniquement des renforts de chanvre ou les hybrides.

Dans une étude, Le Duigou et al. [158] ont étudié un bio-composite lin/PLLA, qui est recyclable et biodégradable. Le matériau a été vieilli en eau de mer à différentes températures (entre 4 et 80°C). Ils ont observé que les échantillons absorbaient beaucoup d’eau, l’absorption étant principalement due à la présence des fibres végétales. Plusieurs mécanismes de dégradation ont été observés suite à l’absorption d’eau : l’hydrolyse de la matrice, puisque sa masse moléculaire a diminué, une dégradation de l’interface fibre-matrice avec des décohésions et des déchaussements, un gonflement différentiel à l’interface et une dégradation notable des fibres. La fragilisation de l’interface fibre/matrice est considérée comme le facteur principal d’endommagement. Les auteurs ont également noté l’apparition de fissures lors de longues immersions, que ce soit au niveau de la matrice ou au niveau des fibres. Les fibres naturelles ont une très forte capacité d’absorption d’eau, ce qui peut conduire à des gonflements ainsi qu’à des vides au niveau des interfaces [169]. C’est ce qui se passe dans cette situation, causant une fragilisation interfaciale qui conduit à une réduction importante des propriétés mécaniques du matériau.

Dans une étude ultérieure, Le Duigou et al. [159] ont étudié à nouveau des matériaux composites injectés lin/PLLA, mais cette fois-ci, en immersion dans de l’eau de mer pendant 2 ans. Ils ont noté que les propriétés mécaniques telles que le module d’Young et la résistance à la traction diminuaient avec le temps de vieillissement. La réduction des propriétés était linéaire avec l’absorption d’eau. Des essais de charge/décharge ont également montré des endommagements tels

que de la dégradation au niveau des fibres et des déchaussements des faisceaux de fibres à cause du gonflement causé par la présence d'eau.

Enfin, Scida et al. [170] ont réalisé une étude sur l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques des composites à matrice epoxy et à fibres de lin en comparant deux types d'architectures : unidirectionnel et sergé. Que ce soit pour le composite à renfort sergé ou le composite à renfort unidirectionnel, les deux matériaux suivent un comportement fickien pour l'absorption. Toutefois, les auteurs ont noté que le composite avec renfort sergé avait une cinétique d'absorption plus importante que l'unidirectionnel et ont également montré que l'absorption d'eau à saturation était plus importante pour ce type d'architecture, comme montré sur la figure 1.38. La porosité plus élevée du sergé peut expliquer en partie ce résultat, mais les auteurs ont également émis l'hypothèse que l'aspect bidirectionnel du sergé amplifie l'absorption par rapport à l'unidirectionnel. Les résultats d'absorption d'eau laissent à penser que le composite à architecture sergé perdrait plus de propriétés après immersion dans l'eau que le composite à renfort unidirectionnel, ce qui a été vérifié au travers des essais de traction réalisés par la suite. Dans les deux cas, le module d'Young diminue assez rapidement dès les premiers jours d'immersion, surtout pour le sergé, puis la diminution est moins importante avec les jours qui augmentent et finit par se stabiliser vers une valeur limite, pouvant s'expliquer par la saturation des matériaux. Au final, après 20 jours d'immersion, le module d'Young du sergé a diminué de 65%, tandis que la perte s'est élevée à 40% pour le composite à fibres unidirectionnelles.

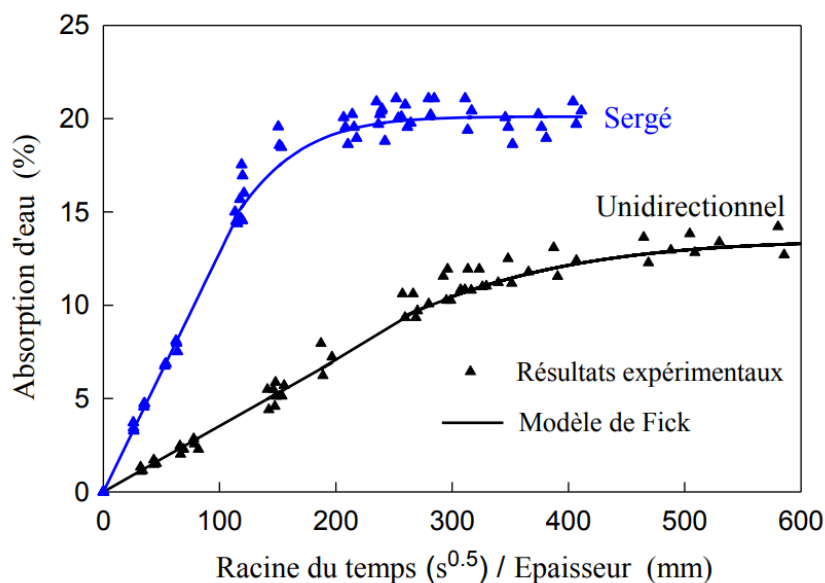


Figure 1.38 – Courbes d'absorption de composites lin/epoxy avec des architectures sergé et unidirectionnel [170]

Comme montré dans ce paragraphe 1.6.3, il existe déjà de nombreux travaux portant sur l'absorption d'eau sur les matériaux composites à fibres végétales et ses conséquences. Cependant, le couplage entre l'absorption d'eau et le comportement à l'impact reste encore très méconnu. Le présent travail a par conséquent pour objectif d'investiguer cette situation et de combler ce manque d'informations dans le cas particulier des composites à base de fibres de lin.

## 1.7 Vieillissement naturel des composites à fibres végétales

Dans le paragraphe 1.6, il a été montré que le vieillissement hydrique influençait fortement le comportement des composites et en particulier les composites à fibres végétales. Le vieillissement naturel est quant à lui un type de vieillissement a priori moins sévère que le vieillissement hydrique, mais d'autres paramètres entrent en compte, comme les rayons ultraviolets (UV) ou la température. Plusieurs études récentes sur le vieillissement naturel des composites à fibres végétales (bois, chanvre, kénaf...) ont été réalisées dans différents pays, avec des climats variés, tels que des climats méditerranéens, tropicaux ou continentaux afin de déterminer leur durabilité [171–176]. Suite aux vieillissements, des dégradations sont apparues sur les matériaux testés, qui peuvent s'expliquer par différentes causes. Des processus d'oxydation induits soit par les rayons UV, soit par des hautes températures, peuvent apparaître et altérer leurs propriétés physico-chimiques, en réduisant la masse moléculaire des matrices polymères, et en affectant également la stabilité de l'hémicellulose présente dans les fibres [176–178]. D'autre part, les matériaux peuvent être soumis à une humidité élevée ou être soumis à de l'immersion dans le pire des cas, et comme cela est expliqué au paragraphe 1.6, plusieurs phénomènes peuvent les altérer. L'ensemble des altérations causées par les températures, les rayons UV et l'eau résulte en des pertes de performances mécaniques et des changements microstructuraux, tandis que l'aspect visuel des matériaux change également [173, 179, 180].

Badji et al. [172] se sont intéressés au vieillissement naturel de composites chanvre/polypropylène. Le vieillissement a été réalisé à Pau (Sud-Ouest de la France - climat océanique), et a duré un an. Les échantillons étaient fixés sur des étagères orientées à 45° par rapport au sol et dirigées vers le Sud. Des essais de flexion avant et après vieillissement ont été réalisés afin de comparer l'évolution des propriétés en fonction de la durée du vieillissement. La figure 1.39 montre l'évolution de la courbe contrainte/déformation de composites chanvre/polypropylène (taux de fibres massique : 30%) avant et après un vieillissement d'un an (naturel ou sous verrière). Le vieillissement naturel cause une diminution de la valeur de contrainte à rupture, ainsi que du module de flexion. L'allongement à rupture ne change pas.

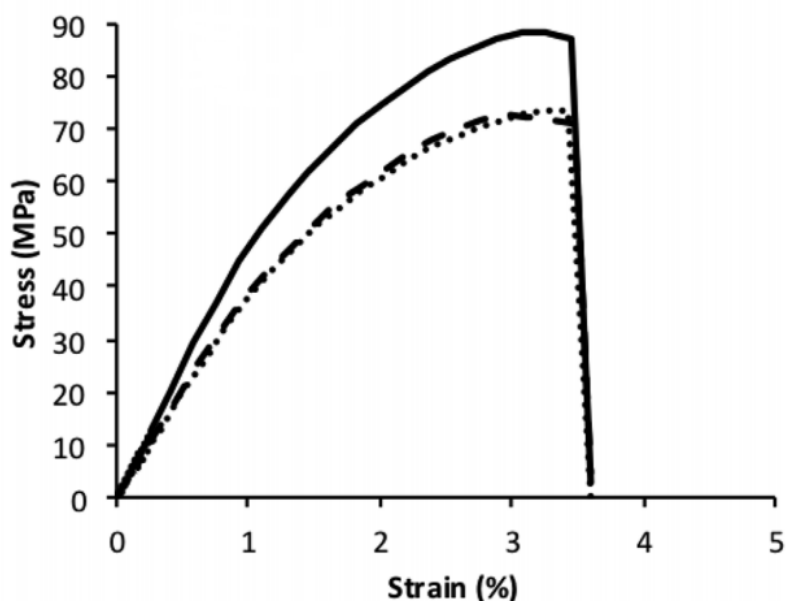


Figure 1.39 – Courbes contrainte/déformation lors d'essais de flexion sur des éprouvettes chanvre/polypropylène avant vieillissement (ligne pleine), après un vieillissement naturel d'un an (tirets) et un vieillissement d'un an sous verre (pointillés) [172]

Les modules de flexion et contraintes à déflexion conventionnelle (correspondant à la contrainte pour une déformation de 3.5%) pour ce même matériau ont également été évalués tous les mois au cours des 3 premiers mois de vieillissement, puis tous les 3 mois après. Les résultats obtenus sont indiqués sur la figure 1.40. Le module de flexion ne varie pas beaucoup durant les 3 premiers mois, puis il décroît ensuite en perdant environ 6% de sa valeur entre 3 et 6 mois, et continue de décroître pendant le reste de l'année jusqu'à atteindre une perte de plus de 20%. La contrainte a une évolution similaire, mais une légère diminution est toutefois notable sur les 3 premiers mois. Après un an de vieillissement, elle a diminué de 15%.

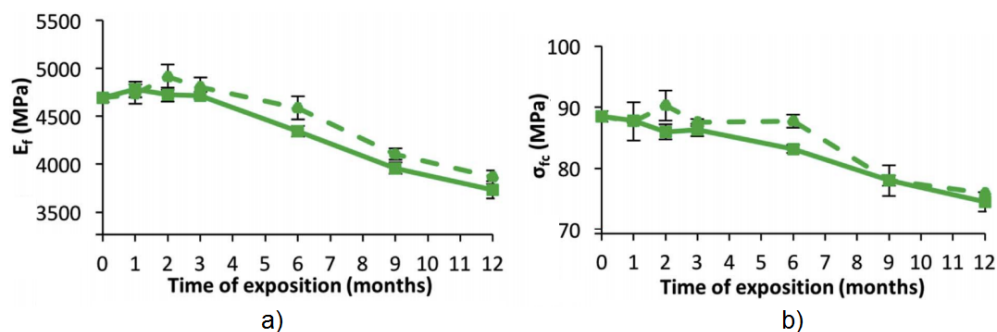


Figure 1.40 – Evolution a) des modules de flexion et b) des contraintes à déflexion conventionnelle en fonction du temps de vieillissement pour des composites chanvre/polypropylène vieillis naturellement (trait plein) et sous verre (pointillé) [172]

Dans le cas des composites à fibres de lin, encore peu d'études ont été réalisées au niveau du vieillissement naturel. Des études avec vieillissement accéléré ont néanmoins été réalisées par Yan et al. [181] sur des composites lin/époxy et par Taylor et al. [182] sur des biocomposites à fibres de lin avec une matrice biosourcée (SSE : soyate de saccharose époxydé).

Dans la première étude, les échantillons ont subi des cycles dans une enceinte thermique où ils étaient exposés à de la lumière produisant des rayons UV et une température de 60°C pendant 12h, suivi de 3h à température ambiante. Ensuite, de l'eau était vaporisée sur la surface exposée des échantillons puis à nouveau soumise aux rayons UV pendant 6h, avant d'être placée à température ambiante durant 3h avant le cycle suivant. Les échantillons ont été vieillis pendant 1500 heures. Des essais de traction et de flexion ont été réalisés afin de déterminer l'évolution des propriétés de ces matériaux suite au vieillissement. Les figures 1.41.a et 1.41.b présentent les courbes contrainte/déformation obtenues respectivement au cours des essais de traction et des essais de flexion.

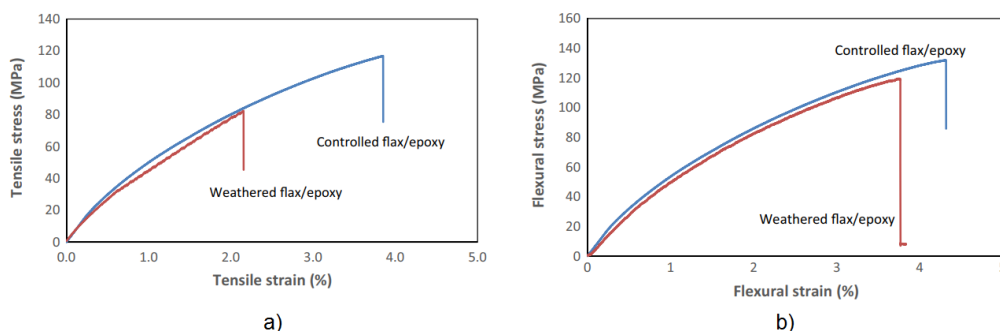


Figure 1.41 – Courbes contrainte/déformations obtenues lors d'essais a) de traction et b) de flexion sur des composites lin/époxy non vieillis (en bleu) et vieillis (en rouge)



Concernant les propriétés de traction, les auteurs notent une réduction de respectivement 29.9, 34.9 et 31.1% de la contrainte à rupture, du module et de l'allongement à rupture. Dans le cas de l'essai de flexion, les pertes de propriétés sont également notables, mais moins importantes, avec des pertes respectives de 10.0, 10.2 et 13.7% de la contrainte à rupture, du module de flexion et de l'allongement à rupture.

Dans cette étude, les auteurs ont également mis en évidence que les rayonnements UV et la présence d'eau sur les échantillons causaient des décolorations importantes, une érosion de la matrice, des microfissures ainsi que la formation de vides dans le composite. Des observations au microscope à balayage électronique ont également confirmé la dégradation de l'interface fibre/matrice après le vieillissement, ce qui affecte directement les propriétés mécaniques des composites. Dans le cas des essais sur les échantillons non vieillis, le mécanisme de rupture dominant était la rupture de fibres, tandis qu'après vieillissement, le glissement des fibres avait également une influence.

Dans l'étude de Taylor et al. [182], des échantillons de lin/SSE et de lin/époxy ont été vieillis dans une enceinte thermique avec rayons UV et vaporisation d'eau pendant environ 1000 heures. Les observations des auteurs ont été similaires à celles de Yan et al. concernant l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux, avec des pertes de propriétés mécaniques notables, que ce soit en traction ou en flexion. Cependant, ces derniers ont également étudié l'influence du traitement des fibres de lin et ont montré que les composites utilisant ce type de fibres se dégradent moins avec le vieillissement, que ce soit au niveau des propriétés mécaniques et de l'aspect visuel.

Ce paragraphe montre que des études ont déjà été réalisées concernant le vieillissement naturel des composites à fibres végétales, mais dans le cas du lin, les vieillissements étudiés étaient des vieillissements accélérés. D'autre part, le couplage entre le vieillissement naturel et l'impact ne semble pas avoir été investigué. Une partie de ce travail de thèse portera donc sur l'étude du vieillissement naturel des composites lin/époxy et de leur comportement à l'impact après vieillissement.

## **1.8 Positionnement des travaux**

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont axés sur la compréhension du comportement des composites à base de fibres de lin et résine époxy soumis à des impacts basse vitesse de diverses intensités. En effet, un impact, même faible, peut causer une diminution de la qualité des propriétés mécaniques du matériau, ce qui n'est pas négligeable. Ce travail est par conséquent centré autour de l'impact : nous avons déjà décidé de complètement définir ce qu'il se passait lors d'un impact sur le matériau pour avoir une meilleure connaissance du phénomène, puis nous avons rajouté des caractérisations mécaniques permettant de déterminer les propriétés résiduelles du matériau post-impact. Pour cela, nous avons développé des scénarios différents, se rapprochant d'une situation réelle, permettant de déterminer le comportement du matériau s'il est utilisé dans des conditions réelles. Pour les scénarios, nous avons pris l'exemple de l'utilisation d'un canoë, à différentes périodes de sa vie.

### **1.8.1 Scénario 1**

Le premier scénario a pour objectif d'étudier le comportement à l'impact d'un échantillon sain ainsi que la dégradation de ses caractéristiques après l'impact. Pour replacer cette situation

dans un cadre réaliste, on imagine un canoë neuf et qui est impacté avant même d'être utilisé. Dans ces conditions, est-ce que la tenue mécanique de la structure va toujours être suffisante pour garantir la pérennité du canoë ? Afin de représenter cette situation expérimentalement et de manière contrôlée, on considère une éprouvette carrée qui n'a subi aucune charge, et à laquelle on va faire subir des essais d'impact à différentes énergies (figure 1.42). Le matériau sera alors caractérisé lors de l'impact puis en post-impact (module de flexion élastique, contrainte à rupture, comportement en fatigue).

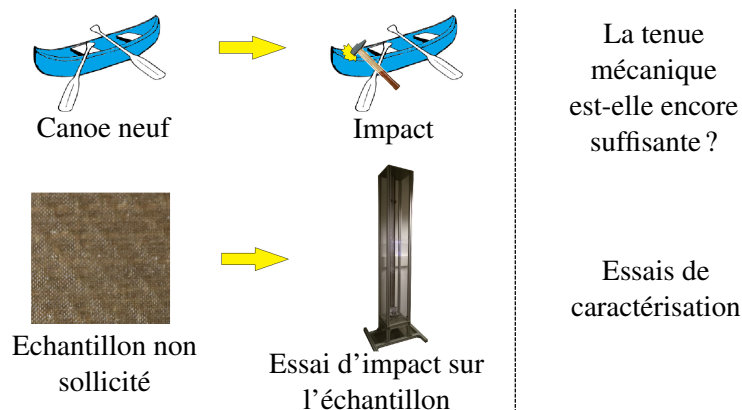


Figure 1.42 – Scénario 1

### 1.8.2 Scénario 2

Le scénario 2 permet de prendre en compte les sollicitations qu'a pu subir le matériau au cours de sa vie. Pour cela, on considère une fatigue mécanique de la structure. Dans le cas du canoë, cela correspond à une situation où il a déjà été utilisé avant d'être impacté, en ne tenant pas compte des paramètres extérieurs tels que la présence d'eau ou la température. Cette situation se traduit de manière expérimentale par la sollicitation de l'échantillon en fatigue en flexion 3 points, sans aller jusqu'à rupture pour la phase d'utilisation. Ensuite, la deuxième phase correspond à l'impact à l'aide de la tour de chute. Le nombre d'essais augmentant rapidement avec le nombre d'énergies d'impact choisies, nous avons décidé de nous limiter à l'étude de ce cas pour une seule énergie d'impact, soit 10 Joules (figure 1.43).

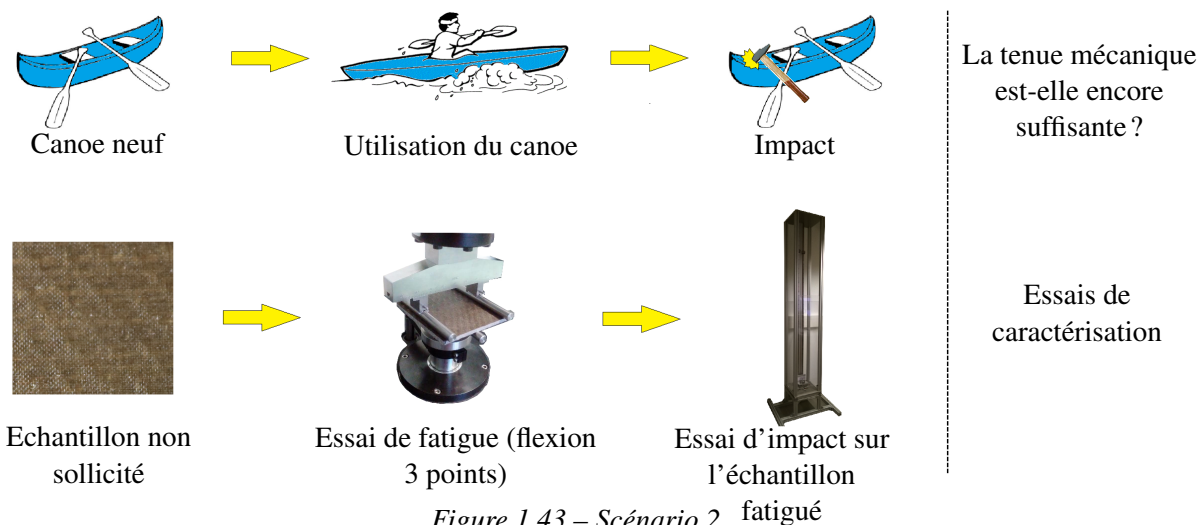


Figure 1.43 – Scénario 2



### 1.8.3 Scénario 3

Le scénario 3 porte quant à lui sur le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à des conditions extrêmes d'humidité. Pour cela, nous avons choisi de plonger les échantillons dans l'eau jusqu'à ce qu'ils soient saturés, puis de caractériser leur comportement à l'impact à la suite de ce vieillissement. Ils sont ensuite également caractérisés mécaniquement afin de déterminer l'influence du couplage entre le vieillissement à l'eau et l'impact (figure 1.44).

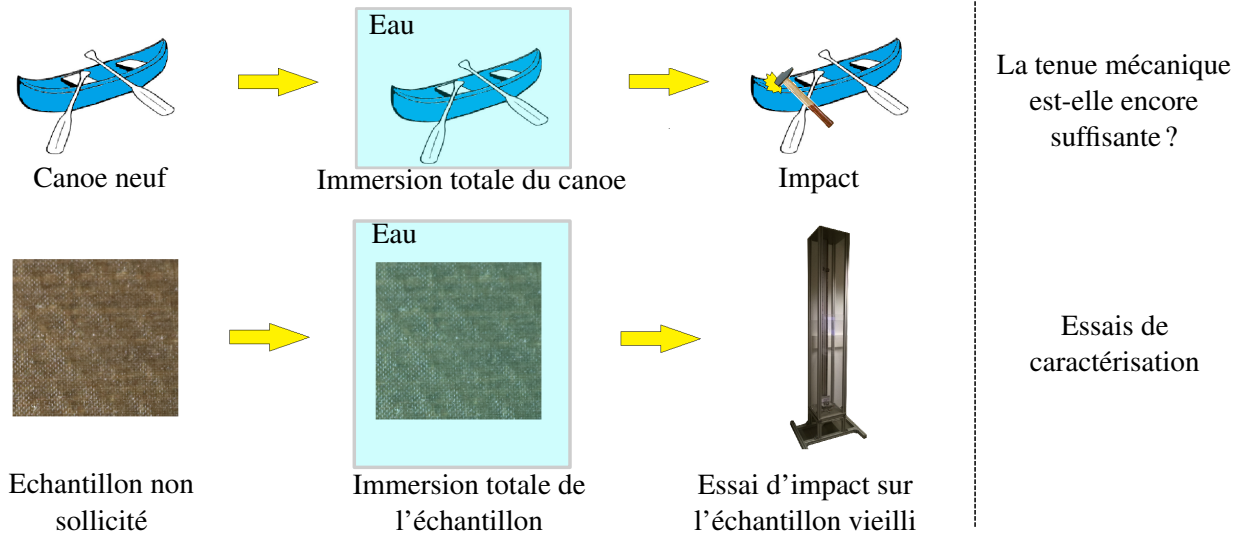


Figure 1.44 – Scénario 3

### 1.8.4 Scénario 4

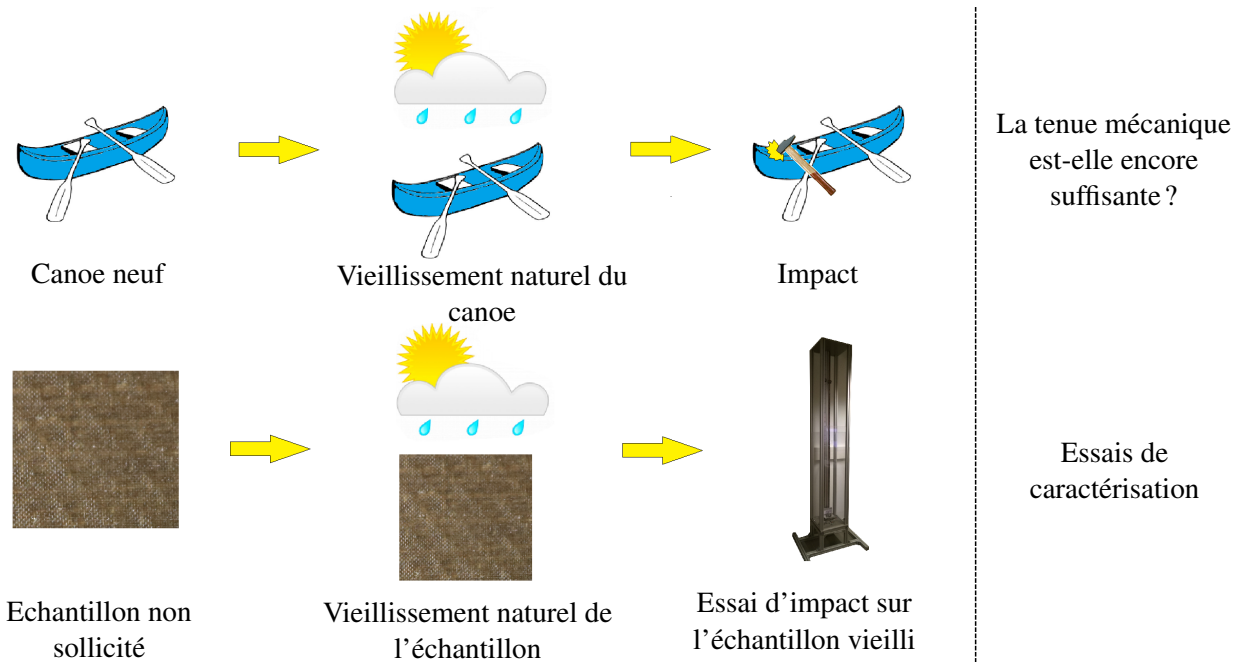


Figure 1.45 – Scénario 4

Le scénario 4 prend en compte des paramètres plus difficilement maîtrisables et c'est donc pour cette raison que peu d'essais ont été réalisés dans ce cadre. Il permet de prendre en compte

l'évolution naturelle du matériau lorsqu'il est laissé à l'extérieur pendant une longue période. Il est donc soumis à diverses conditions climatiques, telles que la pluie, la chaleur, le vent et même de la neige. L'idée était de se rapprocher le plus possible d'une situation réaliste avec une altération du matériau, sans que cela soit aussi sévère que dans les autres scénarios. Pour mettre en place ce scénario, des échantillons ont été placés dehors pendant une période de 7 mois et ont ensuite été testés en impact puis en post-impact (figure 1.45).

### 1.8.5 Présentation des scénarios dans le manuscrit

Les différentes phases des 4 scénarios sont toutes considérées dans ce manuscrit, mais ne vont pas être présentées linéairement scénario par scénario. Nous avons en effet jugé plus pertinent de considérer chaque type d'essai en lui-même séparément et de comparer les résultats pour les 4 scénarios à chaque fois. Ainsi, les vieillissements hydrique et naturel des scénarios 3 et 4 seront présentés dans le chapitre 2. Ensuite, le chapitre 3 traitera exclusivement de la phase d'impact de ces scénarios. Enfin, le chapitre 4 correspondra à la caractérisation mécanique pré et post-impact des matériaux. Ainsi, les résultats concernant la dernière phase des scénarios (caractérisation mécanique) seront présentés dans la dernière partie de ce chapitre et comparés aux résultats des échantillons non impactés, présentés en première partie du chapitre 4.

## 1.9 Conclusion

Au cours des dernières années, de nombreux travaux se sont positionnés sur l'étude de matériaux composites à fibres végétales, et notamment pour déterminer leurs propriétés mécaniques. En effet, les fibres végétales peuvent être une alternative intéressante aux fibres synthétiques, en raison de leur disponibilité et de leur coût moindre, ainsi que leur plus faible impact sur l'environnement. Ce n'est cependant valable qu'à condition d'avoir des propriétés mécaniques suffisantes, surtout dans le cas où leur usage serait destiné à des applications semi-structurelles voire structurelles. L'une des propriétés particulièrement importantes à considérer est la résistance à l'impact du composite, puisque c'est une situation qui peut toujours arriver, que ce soit au travers de la chute d'un outil sur le matériau ou un choc quelconque, d'autant plus que les composites sont particulièrement sensibles aux impacts. Au travers de cet état de l'art, nous avons pu constater qu'il existait déjà un certain nombre d'études sur l'impact des matériaux composites à fibres végétales. En revanche, l'étude de l'impact en lui-même de ces matériaux reste assez limitée et on trouve peu d'études concernant le couplage de l'impact avec différentes sollicitations telles que la fatigue ou le vieillissement. De plus, les techniques de corrélation d'images numériques et d'imagerie rapide, qui présentent un très grand intérêt notamment pour des essais aussi rapides que les essais d'impact, sont très peu utilisées dans l'étude des matériaux composites en général, et pourraient apporter des éléments intéressants concernant la caractérisation des matériaux lors de l'impact. Dans le présent travail, nous proposons donc de combler ces manques, en se basant sur des analyses sous la forme de scénarios. Ces derniers ont été présentés dans la section 1.8 et couvrent différents sujets, comme l'impact en lui-même avec une analyse très détaillée basée sur l'utilisation d'une tour de chute instrumentée ainsi que des caméras rapides permettant de faire des analyses par stéréo corrélation d'images numériques et l'impact couplé à des sollicitations, que ce soit en fatigue ou en vieillissement (hydrique et naturel).



# 2

## Matériaux, élaboration, techniques expérimentales et effets des vieillissements hydrique et naturel

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>59</b>
<b>2.2</b>	<b>Elaboration des matériaux</b>	<b>59</b>
2.2.1	Résine	59
2.2.2	Renforts	60
2.2.3	Mise en œuvre des composites	62
<b>2.3</b>	<b>Corrélation d'images numériques visibles</b>	<b>64</b>
2.3.1	Matériel d'imagerie	64
2.3.2	Digital Image Correlation (DIC)	65
2.3.3	Stereo-Image Correlation (SIC)	68
<b>2.4</b>	<b>Moyens de caractérisation</b>	<b>70</b>
2.4.1	Essais de traction	71
2.4.2	Essais d'impact	73
2.4.3	Essais de flexion 3 points	77
<b>2.5</b>	<b>Prise en compte du vieillissement</b>	<b>79</b>
2.5.1	Vieillissement par immersion dans l'eau	80
2.5.2	Vieillissement naturel	86
<b>2.6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>89</b>

---

## 2.1 Introduction

Ce chapitre concerne l'élaboration des matériaux, les techniques expérimentales utilisées et va également apporter des informations concernant les vieillissements hydrique et naturel des échantillons. Le premier paragraphe de ce chapitre traitera ainsi de l'élaboration des matériaux composites lin/époxy et également d'éprouvettes verre/époxy utilisées à titre de comparaison. Un second paragraphe donnera ensuite des précisions concernant les techniques de corrélation d'images numériques. En effet, ces techniques sont particulièrement intéressantes puisqu'elles permettent d'obtenir une quantité d'informations importante telles que des valeurs de déplacement ou de déformation sans affecter l'essai ou l'échantillon. Elles seront notamment utilisées dans le cadre des essais de traction et d'impact.

Dans le chapitre 1, 4 différents scénarios ont été introduits afin de déterminer les propriétés des composites lin/époxy en particulier à l'impact, mais également en post-impact. Plusieurs types d'essais sont nécessaires pour les mettre en œuvre et ils seront décrits au paragraphe 2.4. Les propriétés des échantillons doivent en premier lieu être déterminées avant de réaliser les essais d'impact, et par conséquent des essais de caractérisation tels que des essais de traction, de flexion et de fatigue seront réalisés. La flexion et la fatigue seront également utilisées pour déterminer les propriétés mécaniques résiduelles des échantillons. Enfin, la tour de chute utilisée pour les essais d'impact sera également décrite.

Pour terminer, le dernier paragraphe de ce chapitre (paragraphe 2.5) portera sur la prise en compte des différents vieillissements auxquels les échantillons peuvent être soumis en amont de l'impact. Cela correspond aux scénarios 3 et 4, avec un vieillissement hydrique dans le cadre du scénario 3 et un vieillissement naturel dans le cadre du scénario 4.

## 2.2 Elaboration des matériaux

### 2.2.1 Résine

Une seule matrice est utilisée dans cette étude. C'est un système époxy à deux composants : une résine époxyde SR 8100 et un durcisseur SD 8822. Ces produits, développés en particulier pour l'injection basse pression et l'infusion, sont fournis par l'entreprise SICOMIN<sup>1</sup>. Ils ont également la particularité d'avoir une viscosité très basse à température ambiante, de bonnes performances mécaniques, et une résistance en température grâce à la température de transition vitreuse  $T_g$  de la résine. Cette dernière peut être caractérisée par le premier décrochement de la courbe de mesure du module d'Young en fonction de la température. Pour cette résine, la température de transition vitreuse est d'environ 80°C. En outre, le durcisseur associé à la résine est considéré comme lent, permettant des infusions sur des grandes épaisseurs ou un grand nombre de couches de fibres. Les proportions massiques sont 100/31, ce qui signifie que pour 100 g de résine SR 8100, il est nécessaire d'ajouter 31 g de durcisseur. La masse volumique de la résine SR 8100 de 1158 kg/m<sup>3</sup> et celle du durcisseur SD 8822 de 937 g/m<sup>3</sup> permettent de calculer la masse volumique de la matrice époxy à partir des proportions massiques. Celle-ci est de 1097 kg/m<sup>3</sup>. Le tableau 2.1

---

1. [www.sicom.in.com](http://www.sicom.in.com)

indique les propriétés mécaniques du système époxy seul (données fournisseur), qui pourront être mises au regard des propriétés du renfort données au paragraphe suivant. Ces données pourraient permettre de calculer les propriétés du composite à partir d'une loi de mélange.

	<b>Traction</b>	<b>Flexion</b>
Module	2650 MPa	3050 MPa
Résistance maximale	66 MPa	120 MPa
Résistance à la rupture	61 MPa	
Allongement à l'effort maximum	4.1 %	5.6 %
Allongement à rupture	5.5 %	9 %

Tableau 2.1 – Propriétés mécaniques de la résine avec un cycle de polymérisation de 24 h à température ambiante suivi de 16 h à 60°C (données fournisseur)

## 2.2.2 Renforts

Cette étude porte principalement sur l'étude de composites à renforts de lin, mais des renforts de verre sont également utilisés à titre de comparaison. Les deux types de renforts sont décrits dans ce paragraphe.

### 2.2.2.1 Lin

Le renfort à base de fibres de lin utilisé provient du Groupe Depestele et porte la référence LINCORE FF T2 330. Se présentant sous la forme de tissus secs, c'est un tissu à armure sergé 2/2, de grammage 330 g/m<sup>2</sup> et de masse volumique 1450 kg/m<sup>3</sup><sup>2</sup>. Les fibres de lin sont assemblées en mèches à partir d'un liant spécifique (compatible avec la matrice époxy). L'élaboration de ces mèches plates non torsadées, de type roving, permet ensuite le tissage. La figure 2.1.a présente une image optique du tissu obtenue à l'aide d'une caméra DINOLITE montrant les mèches de lin. Ces dernières ont été mesurées et leur largeur est d'environ 2.5 mm. La figure 2.1.b présente une représentation schématique du tissage avec les fils de chaîne et les fils de trame. L'utilisation de ce type de tissu bidirectionnel présente de nombreux avantages. Sa résistance au délaminage est meilleure que celle d'un renfort unidirectionnel, ses propriétés mécaniques sont intéressantes à la fois dans le sens chaîne et trame du tissu. L'armure sergé 2/2 possède un entrelacement plus délié qu'une armure unidirectionnelle et le tissu est caractérisé par une diagonale (figure 2.1.b)). Dans ce type de tissage, chaque mèche de sens chaîne (warp) passe au-dessus de deux mèches de sens trame (weft) consécutives puis au-dessous de deux mèches de sens trame. Il présente une bonne tolérance à l'endommagement grâce au tissage des fils qui permet le bon maintien latéral des fibres et donc une épaisseur régulière.

Le choix de cette architecture textile a été motivé par la volonté de continuer l'exploration et l'étude de ce matériau (sergé lin/époxy) qui a déjà été étudié de manière approfondie au cours d'autres thèses au sein du laboratoire LISM, sur d'autres problématiques concernant notamment le vieillissement hydrique [162, 183].

---

2. [www.groupepestele.com](http://www.groupepestele.com)

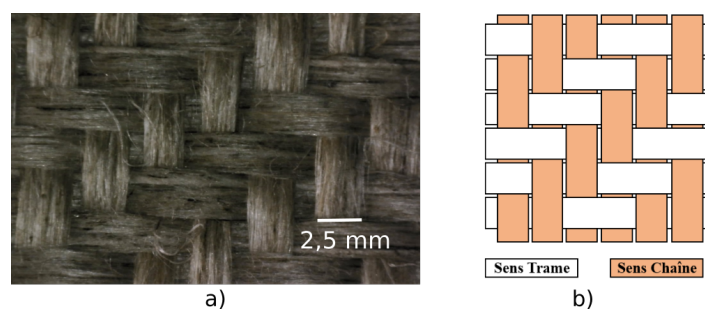


Figure 2.1 – a) Image du tissu sec sergé 2/2 et b) description de l'armure sergé 2/2

Le tableau 2.2 fournit les propriétés mécaniques de la fibre de lin [3]. Suivant les lieux de production, les conditions météorologiques et d'autres facteurs, le tableau met en évidence de fortes disparités entre les propriétés des fibres, que ce soit pour le module de rigidité et la contrainte à la rupture. Lorsqu'on compare les propriétés de ce tableau avec le tableau 2.1, on remarque la supériorité du renfort par rapport à la résine, permettant ainsi de réaliser un matériau composite avec des propriétés intéressantes, les propriétés du renfort étant bien plus importantes que celles de la résine.

Module de rigidité (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)
12-85	600-2000	1-4

Tableau 2.2 – Propriétés mécaniques de la fibre de lin [3]

### 2.2.2.2 Verre

Le renfort à base de fibres de verre est quant à lui fourni par l'entreprise SICOMIN. Il s'agit également d'un tissu à armure sergé 2/2, de grammage 300 g/m<sup>2</sup> et avec une masse volumique de 2540 kg/m<sup>3</sup>. La figure 2.2 présente une image du tissu montrant les mèches de verre. Les propriétés mécaniques de la fibre de verre sont données par le fournisseur et sont indiquées dans le tableau 2.3.

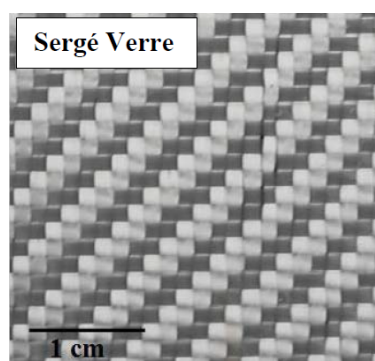


Figure 2.2 – Image du tissu sergé 2/2 à base de fibres de verre [162]

La fibre de verre possède des propriétés mécaniques équivalentes voire supérieures à celles des fibres de lin, mais sa masse volumique est également plus élevée de 75%, ce qui lui confère des propriétés mécaniques spécifiques moins intéressantes. Ce renfort sera utilisé par la suite pour

Module de rigidité (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)
74	2500	4.8

Tableau 2.3 – Propriétés mécaniques de la fibre de verre (données fournisseur)

réaliser une comparaison du comportement à l'impact des deux matériaux avec une énergie de 10 J ainsi que pour comparer leur comportement post-impact en flexion 3 points.

### 2.2.3 Mise en œuvre des composites

Il existe plusieurs techniques de mise en œuvre des matériaux composites à renforts tissés, mais dans le cadre de cette étude, seul le procédé d'infusion sous vide sera utilisé (figure 2.3). Celui-ci permet la production de pièces de très bonne qualité, avec une bonne reproductibilité et un taux de renfort optimisé et maîtrisé, sans nécessiter un investissement important. La mise en œuvre de l'ensemble des matériaux de l'étude a été réalisée au sein du laboratoire LISM de l'URCA à l'IUT de Troyes.

Ce procédé consiste en la diffusion de la résine à travers l'épaisseur d'un empilement de tissus secs à l'aide d'une pompe à vide qui crée une dépression. Les plis de tissu de renfort sont empilés sur une plaque en verre préalablement recouverte d'un agent de lustrage qui permettra par la suite de démouler plus facilement la plaque. Un morceau de tissu d'arrachage de la même dimension que les plis est ensuite placé au-dessus des fibres. Ce tissu permet de faciliter le démoulage. Un morceau de tissu de drainage / microperforé un peu plus grand que les tissus de renfort est également rajouté au-dessus des autres tissus. Il va jouer un rôle dans la diffusion de la résine dans les plis en améliorant la répartition de la résine et en favorisant son écoulement.

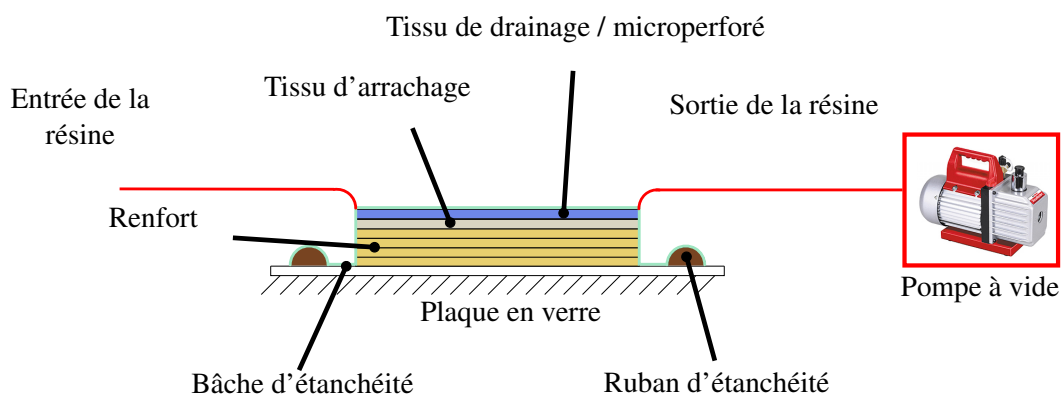


Figure 2.3 – Infusion sous vide

Une fois l'empilement réalisé, une bâche d'étanchéité est placée par-dessus pour permettre de créer un vide. Une ouverture est créée pour permettre l'entrée de la résine d'un côté, tandis qu'un autre flexible situé de l'autre côté est relié à la pompe à vide. L'air est vidé pour mettre le moule sous vide, puis la résine est injectée. Les renforts secs sont alors imprégnés de la résine. Après l'infusion, la plaque durcit pendant 24 h à température ambiante puis est placée dans une étuve à 60°C durant 16 h afin d'obtenir une réticulation de la résine optimisée et complète conformément aux recommandations du fournisseur.



Le tableau 2.4 résume les paramètres qui ont été utilisés pour cette mise en œuvre. 4 à 8 plis de tissu ont été utilisés pour réaliser les plaques.

<b>Nature de la préforme</b>	4 à 8 plis de tissu
<b>Dimensions des plaques</b>	400 x 300 mm <sup>2</sup>
<b>Pression d'aspiration</b>	0,4 bar
<b>Nombre de points d'aspiration</b>	1
<b>Nombre de points d'injection</b>	1
<b>Température</b>	Température ambiante

Tableau 2.4 – Paramètres appliqués lors du procédé d'infusion sous vide

Grâce à ce procédé, des plaques rectangulaires sont réalisées avec des dimensions de 400 mm en longueur et 300 mm en largeur. Les échantillons sont ensuite découpés à l'aide d'une scie à fil en prenant le soin d'enlever les bords de la grande plaque où des irrégularités sont présentes et altèrent donc les propriétés du matériau. Différents types d'échantillons sont préparés selon les essais à effectuer. Dans le cadre des essais d'impact et de tout ce qui concerne l'analyse post-impact, les échantillons découpés sont des carrés de 120 x 120 mm<sup>2</sup>. Pour les essais de traction et une partie des essais de flexion 3 points, les échantillons sont plus fins et mesurent 120 mm en longueur pour une largeur de 20 à 25 mm. Les épaisseurs des échantillons varient entre 3 et 6 mm en fonction du nombre de plis choisi pour le composite dans le cas du lin. Dans le cadre de cette étude, le choix s'est porté sur l'étude d'échantillons avec 4, 6 et 8 plis. Pour les composites à base de fibres de verre, seules des plaques carrées de 120 × 120 mm<sup>2</sup> sont réalisées, avec également 4, 6 ou 8 plis. Les épaisseurs varient alors entre 1 et 2 mm.

### Calcul de la fraction volumique de fibres

La fraction volumique de fibres dans les échantillons est déterminée à partir de la pesée des tissus secs au départ, et de la masse de la plaque finale, en considérant la densité des fibres et de la matrice. La fraction est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$V_f = \frac{1}{1 + \left(\frac{M_c - M_f}{M_f}\right)\left(\frac{\rho_f}{\rho_m}\right)} \quad (2.1)$$

avec  $M_c$  la masse totale de la plaque,  $M_f$  la masse des fibres,  $\rho_m$  la densité de la matrice (mélange de la résine et du durcisseur) et  $\rho_f$  la densité des fibres.

Dans le cadre de cette étude, la fraction volumique de fibres des échantillons est fixée à  $30 \pm 1\%$  pour les composites lin/époxy. Dans le cas des composites verre/époxy, les plaques fabriquées étaient plus restreintes et les paramètres de mise en œuvre étaient les mêmes que pour le lin, résultant en des plaques ayant une fraction volumique de fibres bien plus élevée, soit de  $57.1 \pm 0.3\%$ . Pour chaque épaisseur, la masse des fibres de verre dans les composites était similaire (à 10% près) à la masse des fibres de lin dans les composites lin/époxy pour la même épaisseur. Cependant, contrairement à la fibre de verre, la fibre de lin est connue pour sa propension à l'absorption, ce qui est le cas avec la résine non polymérisée lors de l'infusion. Cette particularité, déjà observée dans la thèse de Saidane [162] lors de la mise en œuvre par moulage au contact de composites à fibres de lin mais aussi à fibres de verre, explique ainsi ces écarts.

La présence d'un point unique d'injection de résine peut laisser supposer l'existence d'une hétérogénéité d'imprégnation et donc de propriétés dans une plaque de 400 mm x 300 mm, avec

une variation de la fraction volumique de fibres et du taux de porosité selon l'épaisseur du matériau. Néanmoins, Chilali et al. [184] ont déterminé de manière précise les fractions volumiques de fibre et taux de porosité pour différentes épaisseurs (entre 3 et 10 mm) sur le même matériau que celui utilisé dans la présente étude (lin/époxy), et n'ont pas noté de variations significatives de ces paramètres, comme indiqué dans le tableau 2.5.

Epaisseur (mm)	$V_f$ (%)	Taux de porosité (%)
3	$32.00 \pm 1.13$	$6.11 \pm 0.54$
4	$31.42 \pm 1.05$	$6.02 \pm 0.31$
6	$31.98 \pm 1.17$	$5.92 \pm 0.65$
8	$31.87 \pm 0.95$	$6.13 \pm 0.24$
10	$31.67 \pm 1.07$	$5.97 \pm 0.77$

Tableau 2.5 – Evolution de la fraction volumique de fibres et du taux de porosité de composites sergé lin/époxy en fonction de leur épaisseur

## 2.3 Corrélation d'images numériques visibles

La corrélation et stéréo-corrélation d'images numériques visibles sont des techniques permettant de mesurer des champs de déplacements et de déformations sur des surfaces planes et non-planes. Ces techniques présentent un avantage notable sur l'utilisation d'extensomètre ou de jauges puisque les mesures peuvent être effectuées sans qu'il n'y ait de contact avec le matériau étudié, et, au lieu de n'obtenir qu'une seule et unique valeur moyennée du déplacement et de la déformation, il est possible d'obtenir ces données en tous points de la surface étudiée. L'utilisation de ces techniques nécessite la présence d'un à deux appareils photo ou caméras, puis un logiciel permettant d'analyser les images.

### 2.3.1 Matériel d'imagerie

Pour réaliser les différentes études nécessitant l'utilisation de la technique de corrélation d'images, différents appareils de prise d'image sont utilisés (Tableau 2.6).

Caméra/appareil photo	Quantité	Caractéristiques	Capteur	Vitesse (im/s)
NIKON D500	2	appareil photo Reflex	CCD	1/3
DINOLITE	2	caméra-microscope	CMOS	1
PHOTRON FASTCAM SA3	2	caméra rapide	CMOS	jusqu'à 100 000

Tableau 2.6 – Caractéristiques des caméras et appareils photo utilisés

Les caméras rapides PHOTRON FASTCAM SA3 et les caméras microscope DINOLITE

disposent de capteurs CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) tandis que les appareils photo NIKON D500 disposent de capteurs CCD (Charge-Coupled Device). Ces capteurs permettent une résolution et taille de pixels similaires, mais présentent des différences en ce qui concerne les autres paramètres. Ainsi, le capteur CCD a une sensibilité plus élevée que le capteur CMOS, ce qui signifie que l'on peut travailler dans des environnements moins lumineux avec ce type d'appareils. Le bruit est également moins élevé. Cependant, les capteurs CCD ont un risque de saturation plus élevé que les capteurs CMOS et ne permettent pas une prise de vue aussi rapide que ces derniers. Tous ces paramètres sont ainsi à considérer dans le choix de l'appareil le plus pertinent pour réaliser les analyses d'images.

Les caméras rapides, qui donnent des images en niveaux de gris, sont utilisées dans le cadre des essais d'impact. En effet, l'impact est un essai particulièrement rapide, puisque la durée d'un impact est inférieure à 10 ms pour les essais réalisés ici. Il faut donc pouvoir obtenir un nombre suffisant d'images pendant cette courte durée. La résolution de ce type de caméras dépend de la vitesse d'acquisition mais elle est suffisante pour permettre d'utiliser la technique de corrélation d'images. Dans le cadre des essais réalisés dans cette étude, la vitesse d'acquisition choisie est de 5000 images par seconde, ce qui correspond à une résolution maximale des caméras de 512x512 pixels.

Dans le cas des essais de traction, la situation est un peu différente. L'essai est plus lent et il est important d'avoir une meilleure résolution spatiale du dispositif pour pouvoir analyser finement le comportement du matériau. Les premiers essais de traction ont été réalisés avec les appareils photo (résolution utilisée : 3916x2660 pixels), permettant de prendre 1 image toutes les 3 secondes d'un échantillon avec un mouchetis classique. Cependant, la qualité des résultats n'était pas optimale et une autre approche a été développée par la suite en utilisant les caméras microscope et un mouchetis optimisé. Le développement de cette technique sera abordé plus loin dans ce chapitre. Les caméras microscope (résolution : 2560x1920 pixels) permettent également de prendre des photos à une fréquence plus élevée (1 image par seconde). Il est important de noter que même si la résolution des caméras microscope est inférieure à celle des appareils photo, la précision est meilleure car la totalité de l'image peut être exploitée dans l'analyse (seule l'éprouvette est photographiée par les caméras microscope, tandis que les appareils photo photographient des zones vides à côté de l'éprouvette, non utiles pour l'analyse).

### 2.3.2 Digital Image Correlation (DIC)

La technique de corrélation d'images numériques (DIC) est utilisée pour l'étude d'objets plans. Elle permet de mesurer de façon particulièrement précise les champs de déplacement d'un même objet déformé grâce à la comparaison entre deux images de cet objet. Un mouchetis avec une distribution aléatoire de niveaux de gris est préalablement appliqué sur l'objet, permettant ainsi l'identification de points grâce à la distribution des niveaux de gris. Un seul appareil ou caméra est nécessaire, à condition qu'il soit placé perpendiculairement à la surface de l'objet étudié et à une distance du plan de l'objet constante tout au cours de l'essai. La totalité des travaux nécessitant de la corrélation d'images numériques présentés dans cette étude ont été réalisés à l'aide du logiciel *7D*, développé par le laboratoire SYMME [185–188].

Contrairement aux moyens de mesures traditionnels (extensomètres et jauges de déformation, par exemple), qui donnent des valeurs moyennées en un point, la corrélation d'images permet d'accéder à des champs de valeurs de déplacement sur l'ensemble de la surface observée. La détermination du champ de déplacement s'effectue en plusieurs étapes :

1. Définition de la zone d'étude (elle ne correspond pas forcément à toute l'image)

2. Découpage de la zone d'études en zones de corrélation plus petites (carrés d'analyse)
3. Corrélation des carrés d'analyse. Il s'agit de retrouver sur l'image déformée la position du motif qui ressemble le plus à chaque carré d'analyse sur l'image de référence. A l'issue de cette étape, un champ de déplacement peut ainsi être obtenu pour chacune des zones.

### 2.3.2.1 Principe

Lorsqu'une photo est prise, plusieurs informations sont enregistrées. Lorsqu'il s'agit d'une image en noir et blanc, cette dernière est en réalité un tableau en 2D dont chaque case contient une valeur appelée niveau de gris. Par exemple, si le capteur utilisé sur l'appareil est un capteur 8 bits, cette valeur sera comprise entre 0 (pas de flux lumineux, cas d'un point noir) et 255 (flux maximal, blanc). Dans le logiciel 7D, on utilise une technique appelée méthode d'appariement de pixels par corrélation. Il est nécessaire de commencer par apparier un point de départ. Cela se fait soit de manière automatique, soit manuellement avec l'intervention de l'utilisateur. Avec cette méthode, l'image de départ est divisée en une grille de carrés dont la taille peut être définie par l'utilisateur. La dimension de ces carrés correspond à la base extensométrique utilisée pour le calcul des déformations. On recherche ensuite en chacun des nœuds de la grille dans l'image déformée un motif d'une fenêtre de corrélation  $\mathcal{D}$  (carré représenté en rouge sur la figure 2.4 et carré bleu sur la figure 2.5.a) tel qu'il soit le plus semblable au motif d'origine en termes de niveaux de gris, comme montré dans la figure 2.4. Sur cette figure, on peut observer sur l'image à corrélérer que le carré situé sur la gauche ne correspond pas bien au motif de départ, et présente donc une mauvaise similitude. En revanche, le deuxième carré dessiné ressemble bien au motif d'origine, et on peut assez raisonnablement présumer qu'il s'agit de la même zone que dans l'image initiale de référence. Ce repérage du motif dans l'image à corrélérer permet de connaître la nouvelle position du motif, puis de déduire le champ de déplacement.

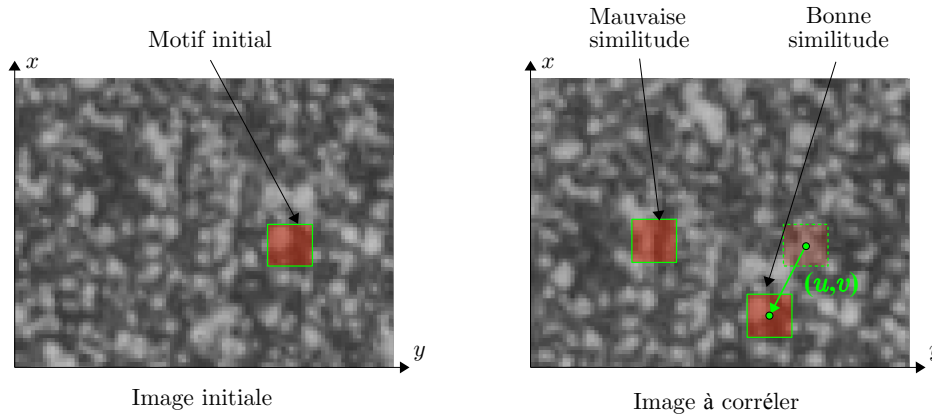


Figure 2.4 – Principe de la corrélation d'images numériques [188]

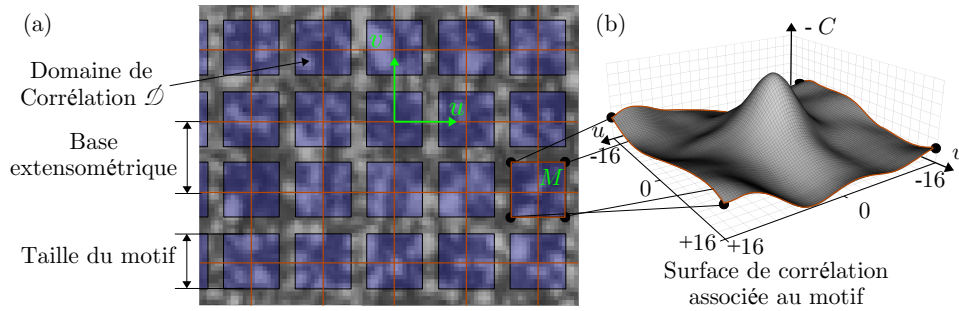
Pour évaluer mathématiquement la ressemblance entre un motif de l'image initiale et un motif de l'image à corrélérer, un coefficient de corrélation permettant de quantifier le niveau de ressemblance entre deux sous-images est utilisé. Il est présenté ci-dessous.

Critère NCC (Normalized Cross Section) :

$$C = 1 - \frac{\sum_{i \in \mathcal{D}} f(\mathbf{x}_i) \times g(\mathbf{x}_i)}{\sqrt{\sum_{i \in \mathcal{D}} (f(\mathbf{x}_i))^2 \times \sum_{i \in \mathcal{D}} (g(\mathbf{x}_i))^2}} \quad (2.2)$$

avec  $i$  représentant chaque pixel de la fenêtre  $\mathcal{D}$ . Les fonctions  $f$  et  $g$  indiquent respectivement la valeur du niveau de gris du pixel ayant les coordonnées  $\mathbf{x}_i = (X_i, Y_i)$  dans l'image initiale et

les coordonnées  $\mathbf{x}_i = (x_i, y_i)$  dans l'image déformée. Cette formulation normalise la contribution de différentes valeurs d'intensité. Le critère NCC tend vers 0 quand deux motifs se ressemblent ou sont reliés par un facteur multiplicatif (prise en compte d'un changement de luminosité). La figure 2.5.b représente la surface de corrélation d'un motif reconstruite à partir de l'évaluation du coefficient  $C$  en chaque pixel du motif. Lorsque la valeur optimale de  $C$  est obtenue, le motif déformé correspondant peut être identifié et la transformation reliant la fenêtre initiale à la fenêtre de l'image déformée peut être caractérisée [189–191].



En théorie, ce calcul est effectué en chaque point pixel du motif étudié, permettant la construction d'une surface de corrélation. En pratique, la surface n'est jamais entièrement calculée lors d'une analyse pour obtenir des temps de calcul plus faibles. Une interpolation bi-linéaire ou bi-cubique des niveaux de gris est mise en œuvre pour obtenir un modèle continu. L'optimum est alors localisable avec une précision inférieure au pixel. Afin d'améliorer le niveau de corrélation, le domaine  $\mathcal{D}$ , initialement de forme carrée, est itérativement déformé par application de la transformation mécanique décrivant le déplacement du motif. Le champ de déplacement de chaque élément est estimé sous forme bilinéaire.

$$\begin{cases} u(X, Y) = a.X + b.Y + c.X.Y + d \\ v(X, Y) = e.X + f.Y + g.X.Y + h \end{cases} \quad (2.3)$$

$a, b, c, d, e, f, g$  et  $h$  sont les paramètres d'approximation des composantes de déplacement  $u(X, Y)$  et  $v(X, Y)$ .

L'algorithme d'optimisation permettant de trouver l'optimum est basé sur la méthode du gradient. Le critère de convergence est établi dans le logiciel 7D comme un produit de trois conditions logiques :

1. Le déplacement d'un point de la grille entre deux pas de calcul est inférieur à  $\delta u$ . Paramètre dénommé *admit variation* dans 7D et fixé par l'utilisateur.
2. Et l'écart entre deux points commun appartenant à deux quadrilatères voisins est inférieur à  $e_q$ . Paramètre dénommé *variation pattern* dans 7D et fixé par l'utilisateur.
3. Et l'écart maximum entre les angles opposés d'un même quadrilatère est inférieur à  $\alpha_{max}$ . Paramètre dénommé *angular variation* dans 7D et fixé par l'utilisateur.

### 2.3.2.2 Calcul des déplacements et déformations

Une fois tous les motifs identifiés, il est possible de déterminer les déplacements ainsi que les déformations (mais uniquement dans le plan) [185, 192]. L'expression des composantes de déplacement donnée dans l'équation 2.3 permet d'obtenir le point de coordonnées (x,y) dont les coordonnées dans l'image initiale étaient (X,Y) en passant par le système 2.4.

$$\begin{cases} x = X + u(X, Y) \\ y = Y + v(X, Y) \end{cases} \quad (2.4)$$

Le tenseur gradient de la transformation F peut être exprimé à l'aide des paramètres du système 2.3 :

$$F = \begin{bmatrix} 1 + a + c.Y & b + c.X \\ e + g.Y & 1 + f + g.X \end{bmatrix} \quad (2.5)$$

Le tenseur de Cauchy-Green est ensuite calculé :

$$C = F^t . F \quad (2.6)$$

Ce dernier permet d'aboutir à différents tenseurs de déformation. Le logiciel 7D permet d'obtenir :

— les déformations de Green-Lagrange E

$$E = \frac{1}{2}(C - 1) \quad (2.7)$$

— les déformations principales ( $E_I$  et  $E_{II}$ ) et leurs directions principales

$$\begin{cases} E_I = \frac{E_{11} + E_{22}}{2} + \frac{1}{2}\sqrt{(E_{11} - E_{22})^2 + 4E_{12}^2} \\ E_{II} = \frac{E_{11} + E_{22}}{2} - \frac{1}{2}\sqrt{(E_{11} - E_{22})^2 + 4E_{12}^2} \end{cases} \quad (2.8)$$

$$\tan(2\alpha) = \frac{2E_{12}}{E_{11} - E_{22}} \quad (2.9)$$

— les déformations logarithmiques (ou de Hencky) dans les axes principaux

$$\begin{cases} \varepsilon_I = \frac{1}{2}\ln(2E_I + 1) \\ \varepsilon_{II} = \frac{1}{2}\ln(2E_{II} + 1) \end{cases} \quad (2.10)$$

### 2.3.3 Stereo-Image Correlation (SIC)

La stéréo-corrélation d'images numériques (SIC) repose sur le même principe que la DIC, mais permet de mesurer des champs de déformation hors-plan d'une surface, grâce à l'ajout d'un second appareil photo (ou caméra). Les deux appareils photo sont synchronisés entre eux. En utilisant deux images de l'objet de l'étude prises au même moment et dans des axes différents (les axes focaux des appareils doivent être non colinéaires), il est possible de recréer la surface tridimensionnelle de l'objet par triangulation. Comme pour la DIC, le logiciel de corrélation utilisé est 7D. Pour mener à bien une analyse en SIC, il est nécessaire de passer par 3 étapes avant de pouvoir calculer les déplacements ainsi que les déformations des nombreux points présents sur la surface analysée :

- Le calibrage du banc stéréoscopique
- La correspondance des images
- La triangulation

### 2.3.3.1 Calibrage

Le calibrage est la première étape à réaliser lorsqu'on utilise la technique de SIC [131]. Elle permet de connaître la position des appareils photo entre eux (la position des appareils est notée respectivement  $P_1$  et  $P_2$ ), qu'on appelle vecteur de calibrage (transformation  $T_C$  sur la Figure 2.6) et les paramètres intrinsèques tels que leurs longueurs focales et les distorsions des objectifs. Ce sont les données du problème. Lorsque ces données sont connues, il est possible, à l'aide de projections successives, de reconstruire la surface déformée dans un espace en trois dimensions. En considérant un point  $P$  situé sur la mire  $\mathcal{R}_T$ , ses coordonnées  $(x, y, z)$  peuvent être obtenues à l'aide des équations suivantes :

$$\begin{cases} P_1(x_1, y_1, z_1) = T_L P(x, y, z) \\ P_2(x_2, y_2, z_2) = T_R P(x, y, z) \\ P_2(x_2, y_2, z_2) = T_C P_1(x_1, y_1, z_1) = T_R T_L^{-1} P_1(x_1, y_1, z_1) \end{cases} \quad (2.11)$$

où  $T_L$  et  $T_R$  représentent la transformation des coordonnées de la cible ( $P$ ) vers celles des caméras gauche et droite ( $P_1$  et  $P_2$ ) respectivement. Une fois que ces transformations sont connues, on peut connaître la transformation  $T_C$ , qui permet de faire la correspondance entre l'image de gauche et l'image de droite.

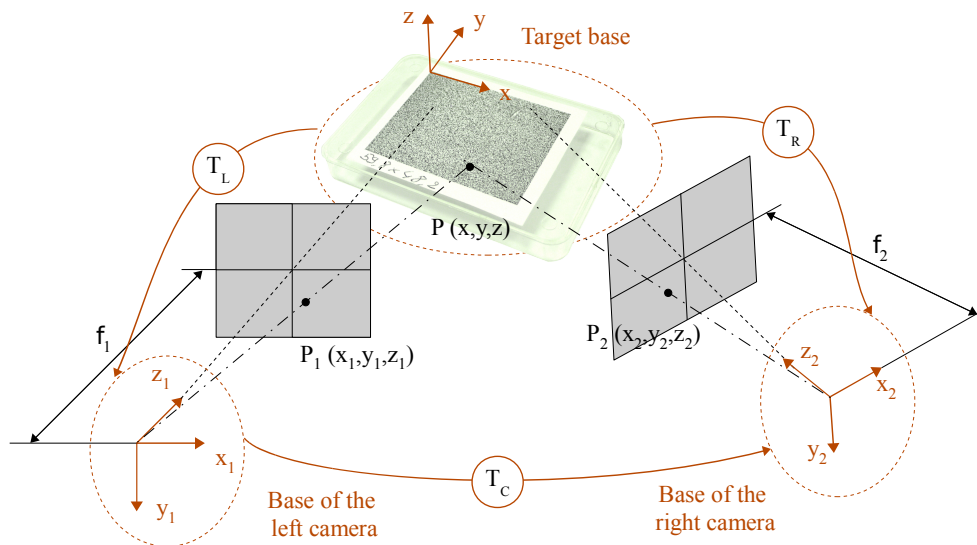


Figure 2.6 – Problème géométrique de la SIC [131]

Pour calculer ces transformations, une mire plane dont les dimensions sont *a priori* connues est utilisée. Elle est recouverte d'un mouchetis qui fait partie des informations dont le logiciel dispose déjà. La mire est photographiée par les deux appareils photo du banc stéréoscopique dans différentes positions de l'espace. Des valeurs initiales sont affectées aux données du problème et chaque paire d'images photographiées permet la reconstruction d'une surface différente. Il en découle un problème sous la forme d'un système non linéaire dépendant des transformations géométriques auxquelles il faut ajouter les transformations intrinsèques aux appareils (longueurs focales et distorsion...). Une optimisation va permettre de conduire à l'actualisation des données jusqu'à



ce que la totalité des reconstructions aboutissent à la même surface, représentant la géométrie réelle de la mire. Plusieurs méthodes d'optimisation itératives peuvent être utilisées [193, 194]. En ce qui concerne le logiciel *7D*, la méthode des moindres carrés est utilisée [187]. Le problème d'optimisation est résolu à l'aide d'un algorithme de Levenberg-Marquardt [195].

Il est à noter qu'il est important de réaliser le calibrage dans les mêmes conditions que celles de l'essai au cours duquel la technique de SIC est employée. Par exemple, pour les essais d'impact, présentés dans le paragraphe 2.4.2, un miroir de renvoi positionné sous l'échantillon est utilisé, car il n'est pas possible d'observer directement l'échantillon. Il est par conséquent important de réaliser le calibrage en utilisant le miroir. Cela permet de prendre en compte les imperfections et distorsions éventuelles du miroir et de les corriger directement lors de la phase de calibrage.

### 2.3.3.2 Correspondance des images et triangulation

Grâce au calibrage, les coordonnées  $P_1$  et  $P_2$  peuvent être calculées dans la même base. La triangulation est réalisée sur chaque point apparaissant sur chacune des images. Avant l'essai, l'échantillon est recouvert d'un mouchetis de peinture blanc et noir avec des niveaux de gris aléatoires, permettant la correspondance des images. En effet, le logiciel de corrélation compare les niveaux de gris sur chaque image pour reconnaître les différents points sur la surface et ainsi déterminer leur position. Contrairement à la DIC où il existe une autre possibilité, lorsqu'on fait de la SIC en utilisant le logiciel *7D*, chaque image de l'objet déformé est comparée à la première image de référence, où l'objet est non déformé. Cela permet d'éviter la propagation des erreurs. Pour chaque paire d'images, une surface tridimensionnelle est obtenue, et décrit la surface réelle de l'objet étudié. Les déplacements et déformations peuvent par conséquent être calculés en comparant chaque surface à la première.

### 2.3.3.3 Incertitudes des mesures en SIC

La précision de la technique SIC dépend de multiples paramètres [196], tels que la modification de la position des caméras, le mouchetis, la lumière... Dans les travaux présentés dans ce manuscrit, il a été estimé que l'erreur de mesure se situait entre 10 et 100  $\mu\text{m}$ , en se fiant à des études précédentes mettant en œuvre des dispositifs similaires [187, 188].

## 2.4 Moyens de caractérisation

Différents moyens de caractérisation ont été mis en œuvre pour étudier le comportement des composites dans cette étude. Les techniques de corrélation et stéréo-corrélation d'images numériques ont été réalisées en parallèle avec certains des essais qui vont être présentés ci-dessous, notamment l'essai de traction et surtout l'essai d'impact. D'autres moyens de caractérisation ont également été utilisés au cours de cette étude : les essais de flexion 3 points, que ce soit en statique ou en fatigue, et certains échantillons ont également été vieillis naturellement ou en immersion complète dans l'eau, permettant une meilleure compréhension du comportement du matériau.



## 2.4.1 Essais de traction

### 2.4.1.1 Objectifs des essais de traction

Afin de pouvoir étudier le comportement mécanique des matériaux composites, des essais de traction ont été mis en œuvre. Ils permettent d'obtenir trois grandeurs mécaniques : le module d'Young, les coefficients de Poisson et la contrainte à la rupture. Deux techniques sont utilisées pour mesurer les déformations au cours de l'essai :

- une technique d'extensométrie classique, souvent utilisée pour ce type de mesure. Elle donne une valeur fiable du module d'Young, mais ne permet d'obtenir qu'une valeur moyenne des déplacements et déformations.
- une technique d'imagerie (corrélation d'images numériques visibles), présentée au paragraphe 2.3. Cette méthode, bien que moins précise pour les petites déformations que l'extensométrie, permet d'obtenir plus d'informations car elle permet de faire des mesures de champs et donne ainsi la possibilité d'avoir des données en n'importe quel point de la surface étudiée. Elle permet également d'obtenir des données sur la tranche de l'échantillon.

Afin de limiter le risque d'erreur, les deux techniques seront mises en œuvre et comparées entre elles. En effet, l'extensométrie classique a déjà beaucoup été utilisée dans ce domaine et permet d'obtenir des résultats de référence fiables, tandis que la technique de corrélation d'images reste moins précise pour ce type de mesures. Il est par conséquent important de bien déterminer les meilleures conditions d'essai et d'acquisition d'images par exemple pour obtenir des résultats optimisés au travers de la technique de corrélation d'images numériques.

### 2.4.1.2 Dispositif et matériel

Les essais de traction sont réalisés sur une machine de traction INSTRON 5569 équipée d'une cellule de charge de 50 kN (précision : 0,5% de la charge) permettant d'enregistrer l'effort exercé sur l'éprouvette avec une fréquence d'acquisition de 5 Hz. Un extensomètre axial INSTRON 2620-604 a été utilisé pour mesurer les déformations longitudinales et confronter les mesures à celles obtenues par corrélation d'images. Les quatre grandeurs force, temps, déplacement de la traverse et déformation longitudinale de l'éprouvette sont enregistrées par la machine au cours de l'essai de traction par le biais du logiciel Bluehill.

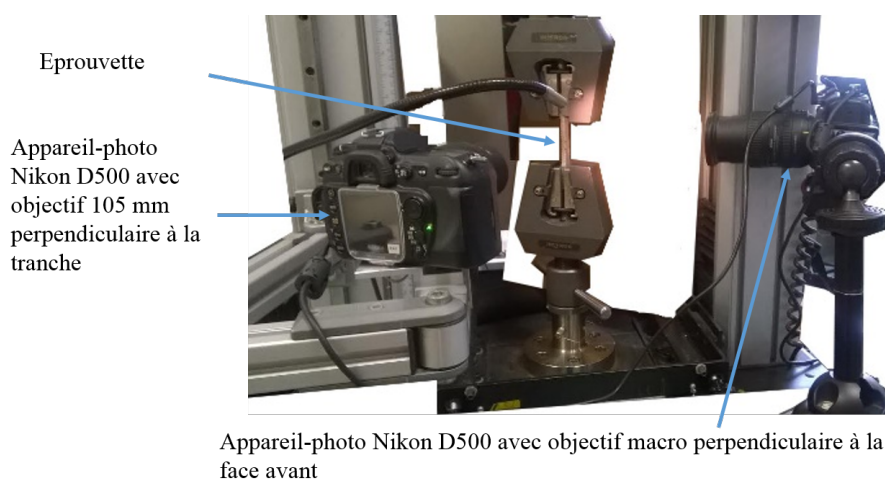


Figure 2.7 – Montage de l'essai de traction

La figure 2.7 présente le dispositif. Deux appareils photo sont positionnés en face de la face avant de l'éprouvette pour le premier appareil, et en face de la tranche de l'éprouvette pour le second appareil photo. Il est à noter que dans cette situation, la technique d'analyse d'images utilisée n'est pas la stéréo corrélation, mais uniquement la corrélation d'images numériques. En effet, les deux appareils prennent des photos respectivement de la face et de la tranche de l'échantillon de façon synchronisée, mais ce sont deux surfaces différentes qui sont étudiées, et donc deux analyses qui sont mises en œuvre. A partir des résultats des appareils photo, les déplacements selon les axes  $x$  et  $y$  sont connus pour la face de l'échantillon, et ce sont les déplacements de axes  $z$  et  $x$  qui sont déterminés à l'aide de l'analyse des photos de la tranche. Grâce à cela, les déformations peuvent également être calculées, et par conséquent, il est possible de calculer le module d'Young  $E_x$  et les coefficients de Poisson  $\nu_{xy}$  et  $\nu_{xz}$ .

Pour chaque essai, une vitesse de traction  $v = 0,6$  mm/min correspondant approximativement à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 1,67 \cdot 10^{-4} s^{-1}$  a été retenue. Dans le cadre de ces essais, seuls les composites lin/époxy 8 plis ont été testés. Les éprouvettes sont de forme rectangulaire (comme montré sur la figure 2.8), avec une largeur  $l$  fixée à 20 mm, et une épaisseur  $e$  variant entre 5.5 et 6 mm selon le taux volumique de fibres (qui peut lui-même varier entre 29 et 31%). 6 essais ont été réalisés avec l'extensomètre, tandis que 5 autres échantillons ont été testés et suivis par corrélation d'images.

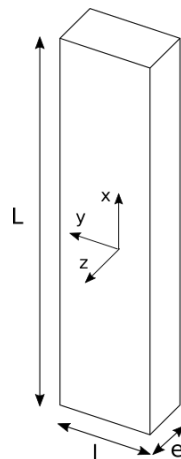


Figure 2.8 – Format des éprouvettes testées en traction

### 2.4.1.3 Méthode

Les essais de traction réalisés permettent d'obtenir les informations suivantes : temps  $t$ , force  $F$  et déformations  $\epsilon$  (longitudinales et transverses si on utilise la corrélation d'images). Grâce à ces données, il est possible de calculer, dans la direction de traction  $x$ , le module d'Young du composite  $E_x$  et les coefficients de Poisson  $\nu_{xy}$  et  $\nu_{xz}$ . La contrainte nominale  $\sigma_{xx}$  est calculée à partir des dimensions de l'éprouvette mesurées avant l'essai et de la force  $F$  mesurée lors de l'essai.

$$\sigma_{xx} = \frac{F}{S} = \frac{F}{le} \quad (2.12)$$

avec  $l$  et  $e$  la largeur et l'épaisseur de l'échantillon.

Dans le domaine élastique, la loi de Hooke est applicable dans la direction de traction  $x$  et s'exprime sous la forme :

$$\sigma_{xx} = E_x \times \epsilon_{xx} \quad (2.13)$$

Pour calculer le module d'Young, il suffit donc de calculer le coefficient directeur de la courbe donnant la contrainte  $\sigma_{xx}$  en fonction de la déformation  $\epsilon_{xx}$  dans le domaine élastique uniquement.

Les coefficients de Poisson sont quant à eux obtenus à l'aide des équations suivantes :

$$v_{xy} = -\frac{\epsilon_{yy}}{\epsilon_{xx}} \text{ et } v_{xz} = -\frac{\epsilon_{zz}}{\epsilon_{xx}} \quad (2.14)$$

#### 2.4.1.4 Optimisation du mouchetis pour l'analyse des essais de traction par corrélation d'images numériques

Un travail a été réalisé dans le but d'améliorer les résultats obtenus par corrélation d'images numériques pour mesurer notamment les coefficients de Poisson. En effet, plus la qualité du mouchetis est bonne, plus les résultats sont précis. L'idée était d'obtenir une taille de grains suffisamment petite pour permettre une analyse très fine. Pour les premiers essais, des bombes de peinture noire et blanche étaient utilisées pour réaliser les mouchetis mais il est vite devenu évident que le procédé n'était pas suffisamment maîtrisé et ne permettait pas la création du mouchetis optimal. Ce travail sera présenté plus en détails dans le chapitre 4.

### 2.4.2 Essais d'impact

#### 2.4.2.1 Objectifs des essais d'impact

Les essais d'impact sont au cœur de cette étude. L'idée est de pouvoir déterminer le comportement mécanique en impact des matériaux étudiés pour démontrer leur aptitude à se positionner dans certaines applications. Le choix s'est porté sur une tour de chute en raison de sa simplicité de mise en œuvre et de sa pertinence, comme expliqué dans le chapitre 1.

#### 2.4.2.2 Présentation de la tour de chute

Nous disposons d'une tour de chute au laboratoire SYMME. Je l'ai conçue et développée au cours de mon stage de Master précédant la thèse [197]. Le dispositif est constitué d'une masse tombante (variant entre 1 et 3 kg), guidée en translation sur une colonne verticale (d'une hauteur maximale de 2 mètres). En-dessous de la masse tombante, on trouve un impacteur hémisphérique (diamètre : 14 mm). Ce système permet d'appliquer le chargement d'impact au centre de l'échantillon. Ce dernier est maintenu à l'aide de trois brides de serrage entre la matrice et le serre-flan (figure 2.9.a). Une ouverture circulaire a été réalisée au niveau du support (diamètre : 80 mm) permettant à l'impacteur de traverser l'échantillon et également d'observer la surface inférieure de l'échantillon lors d'un impact à l'aide de caméras rapides. Le dispositif est instrumenté (figure 2.9.b). Un capteur de force est utilisé pour mesurer la charge appliquée à l'échantillon durant l'impact. Sa fréquence d'échantillonnage maximale est de 100 kHz. Un accéléromètre, positionné juste au-dessus de l'impacteur, est également utilisé (capacité de mesure allant jusqu'à 50 g) pour permettre le calcul par intégration de la vitesse et du déplacement de l'impacteur. En raison des frottements, la vitesse maximale théorique est réduite à  $v \approx 5,7$  m/s. Dans ce cas, en utilisant la masse maximale de 3 kg, l'énergie d'impact correspondante est égale à 49 J. Afin d'obtenir des informations en termes de déplacements, déformations et endommagement pour chaque essai d'impact, l'image de la face inférieure de l'échantillon passe par un miroir orienté à 45° qui la renvoie vers deux caméras rapides. Le dispositif de stéréo-corrélation est réalisé à partir de 2 caméras PHOTRON FASTCAM SA3, déjà présentées dans le paragraphe 2.3.1.

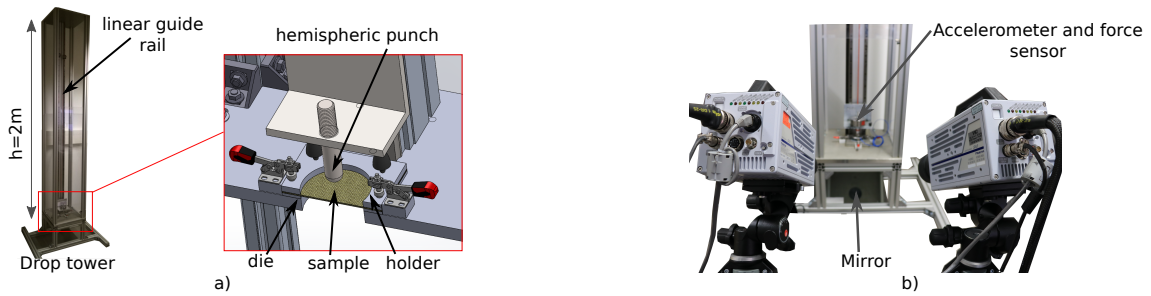


Figure 2.9 – a) Tour de chute et dispositif de serrage, b) dispositif de SIC et capteurs

### 2.4.2.3 Calibrage de la tour de chute

Pour déterminer l'énergie cinétique lors de l'impact, des essais préliminaires ont été réalisés avec 3 masses différentes. Afin de vérifier la répétabilité des essais, le plateau est à chaque fois lâché de la même hauteur deux fois d'affilée. Les hauteurs testées vont de 12 à 136 cm. Trois masses sont utilisées :  $m_0 = 910$  g,  $m_1 = 1928$  g et  $m_2 = 2948$  g.

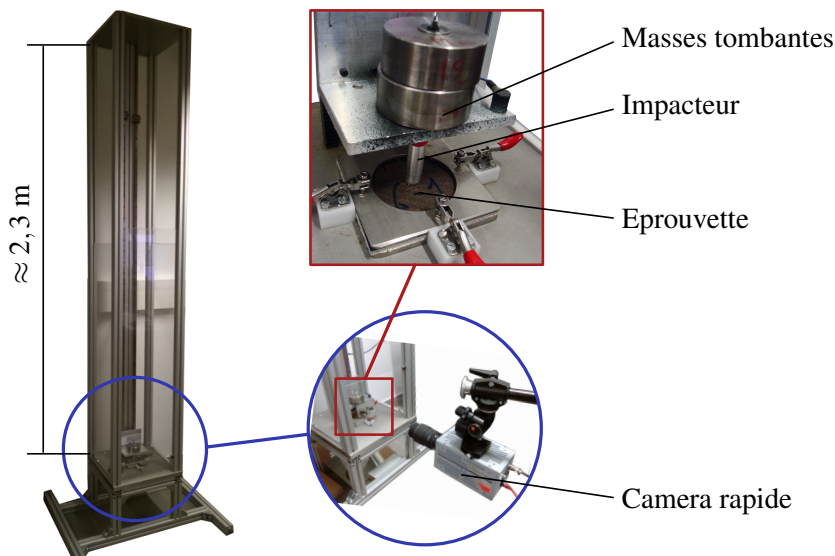


Figure 2.10 – Dispositif d'impact lors du calibrage

Afin de calculer l'énergie d'impact, une caméra rapide PHOTRON FASTCAM SA3 (voir figure 2.10) est positionnée face à la tour de chute. A l'aide d'une technique de corrélation d'images numériques (voir paragraphe 2.3.2), il est possible de connaître la position de l'impacteur toutes les 1/2000 s, la caméra étant réglée pour prendre 2000 images/s. A partir de la position verticale de l'impacteur  $y(t)$  à l'instant  $t$ , la vitesse instantanée de l'impacteur peut alors être calculée à chaque instant où l'impacteur est visible dans le champ de la caméra, à l'aide des équations 2.15, 2.16 et 2.17.

Si  $t_n > t_0$  et  $t_n < t_f$ , avec  $t_n$  le temps à l'incrément  $n$ ,  $t_0$  le temps d'origine et  $t_f$  le temps à la fin :

$$v_{t_n} = \frac{y_{t_{n+1}} - y_{t_{n-1}}}{t_{n+1} - t_{n-1}} \quad (2.15)$$

Pour la première valeur de vitesse ( $t_n = t_0$ ), cette dernière est calculée ainsi :

$$v_{t_0} = \frac{y_{t_1} - y_{t_0}}{t_1 - t_0} \quad (2.16)$$

Enfin, la dernière valeur de la vitesse est définie de cette manière :

$$v_{t_f} = \frac{y_{t_f} - y_{t_{f-1}}}{t_f - t_{f-1}} \quad (2.17)$$

Par défaut, on considère que la vitesse d'impact est la vitesse lorsque la valeur de  $y$  est minimale, comme présenté dans l'équation 2.18.

$$v_{imp} = v(y_{min}) \quad (2.18)$$

En réalité, c'est un peu plus complexe, car l'impacteur s'enfonce dans le matériau et ralentit avant que  $y$  soit minimale. Pour trouver la bonne valeur de vitesse d'impact, on "remonte" donc les incréments, en vérifiant si la valeur de la vitesse à l'incrément précédent est supérieure ou non à la vitesse supposée d'impact. Tant que la vitesse maximale n'est pas celle de l'impact, elle est modifiée et prend la valeur de l'incrément précédent, jusqu'à ce que la vitesse de l'incrément qui précède soit inférieure.

Une fois la vitesse d'impact  $v_{imp}$  déterminée, la courbe vitesse d'impact en fonction de la hauteur de chute et de la masse utilisée peut être tracée (figure 2.11).

L'énergie cinétique  $E_{imp}$  atteinte lors de l'impact (figure 2.12) peut alors en être déduite grâce à l'équation 2.19 :

$$E_{imp} = \frac{1}{2}mv_{imp}^2 \quad (2.19)$$

où  $m$  est la masse de l'impacteur et  $v_{imp}$  la vitesse de l'impacteur au moment de l'impact.

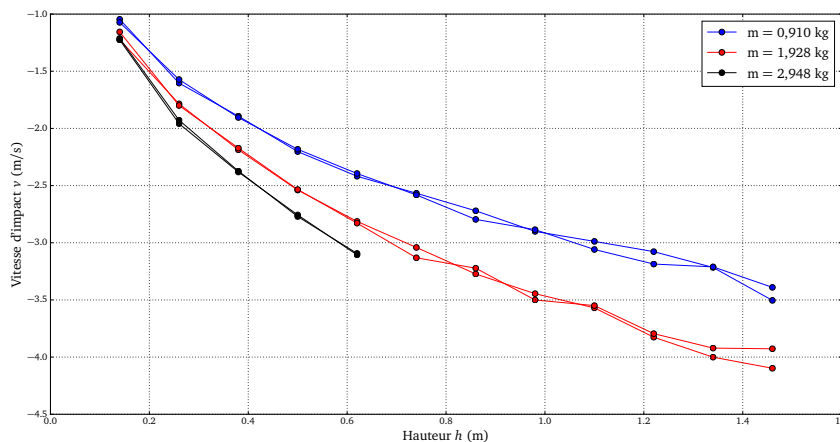


Figure 2.11 – Vitesse d'impact en fonction de la hauteur de chute et de la masse tombante

Ces résultats montrent que les essais sont répétitifs et permettent d'exprimer les équations suivantes après avoir fait des régressions linéaires pour chaque masse :

$$E = 3,48 \times h \text{ avec } m_0 \quad (2.20)$$

$$E = 10,86 \times h \text{ avec } m_1 \quad (2.21)$$

$$E = 24,70 \times h \text{ avec } m_2 \quad (2.22)$$

avec  $E$  l'énergie cinétique au moment de l'impact et  $h$  la hauteur de chute.

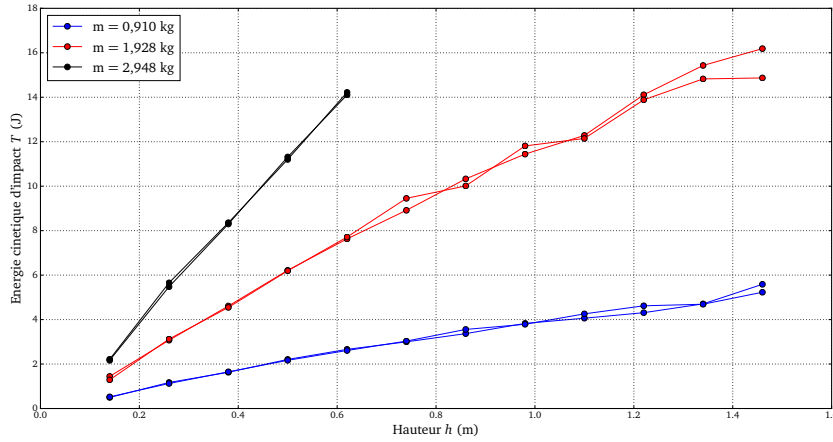


Figure 2.12 – Energie d'impact en fonction de la hauteur de chute et de la masse tombante

Ces résultats servent de base pour déterminer l'énergie d'impact et choisir la hauteur de chute de l'impacteur ainsi que la masse adéquate. De plus, l'énergie d'impact réelle est calculée lors des essais à l'aide des capteurs présents sur la tour de chute.

#### 2.4.2.4 Instrumentation de la tour de chute

Pour permettre l'obtention de mesures précises, la tour est équipée d'un accéléromètre d'impact (avec une capacité de mesure allant jusqu'à 50 g) ainsi que d'un capteur de force (la fréquence d'échantillonnage de ce capteur est de 100 kHz). Le capteur de force est situé sur le doigt d'impact tandis que l'accéléromètre est positionné juste au-dessus des masses tombantes, dans l'axe de l'impacteur. A partir des résultats indiqués par ces capteurs, la force et l'accélération peuvent être mesurées durant l'impact. De plus, grâce à l'accélération, la vitesse et la position de l'impacteur peuvent être calculés au cours de l'impact par intégration et double intégration, respectivement, à l'aide des formules suivantes :

$$\begin{cases} v(t) = \int_{t_0}^t a(u)du + v(t_0) \\ d(t) = \int_{t_0}^t v(u)du + d(t_0) \end{cases} \quad (2.23)$$

où  $v(t)$  est la vitesse et  $d(t)$  correspond au déplacement de l'impacteur.

Numériquement, la méthode des trapèzes est appliquée pour obtenir une approximation des valeurs de vitesse et de déplacement. Les vitesses et déplacements ont été calculés avec les formules suivantes, par calcul récursif :

$$\begin{cases} v(t_k) \approx \frac{a(t_{k-1}) + a(t_k)}{2} \times \Delta t + v(t_{k-1}) \\ d(t_k) \approx \frac{v(t_{k-1}) + v(t_k)}{2} \times \Delta t + d(t_{k-1}) \end{cases} \quad (2.24)$$

où  $t_k$  et  $t_{k-1}$  représentent le temps aux incréments  $k$  et  $k - 1$  respectivement, et  $\Delta t = t_k - t_{k-1}$ .

Les constantes d'intégration sont calculées de manière à ce que la vitesse soit nulle lorsque l'impacteur atteint la déflexion maximale (c'est-à-dire quand l'impacteur est stoppé) et à ce que le déplacement soit nul dès que l'impacteur entre en contact avec l'échantillon. On peut ainsi calculer l'énergie d'impact en connaissant l'instant  $t$  où l'impacteur touche l'échantillon et en prenant sa vitesse  $v_t$  à ce moment en utilisant l'équation 2.19 et comparer le résultat avec l'énergie théorique d'impact indiquée par les équations 2.20, 2.21 ou 2.22.

### 2.4.3 Essais de flexion 3 points

#### 2.4.3.1 Objectifs des essais de flexion 3 points

Le but ici est de caractériser le comportement des échantillons en flexion 3 points avant impact, mais également en post-impact pour pouvoir estimer son effet sur la rigidité et la résistance du matériau. On souhaite également connaître le comportement en fatigue des échantillons. Les essais de flexion 3 points vont donc se dérouler en deux étapes : des essais statiques, que ce soit sur des échantillons sains ou préalablement impactés, et des essais dynamiques.

#### 2.4.3.2 Essais statiques

Les essais statiques sont réalisés sur la même machine que celle utilisée pour l'essai de traction (*INSTRON 5569*). La cellule de force de 50 kN est toujours utilisée mais les mors sont remplacés par le dispositif présenté dans la figure 2.13. La vitesse de la traverse est fixée à 5 mm/min tandis que l'écartement des supports  $L$  situés en-dessous de l'échantillon est fixé à 100 mm. Cette longueur permet d'obtenir des rapports  $\frac{L}{e}$  (longueur divisée par épaisseur) entre 16 et 33 selon les matériaux, réduisant ainsi l'effet du cisaillement. La force est mesurée avec une fréquence de 1 Hz. Dans le cas des essais sur les échantillons impactés, la traverse est en contact avec la face impactée de l'échantillon. La déflexion  $s$  des échantillons est calculée en mesurant le déplacement de la traverse. Pour chaque type d'échantillon, au moins 4 essais sont réalisés.

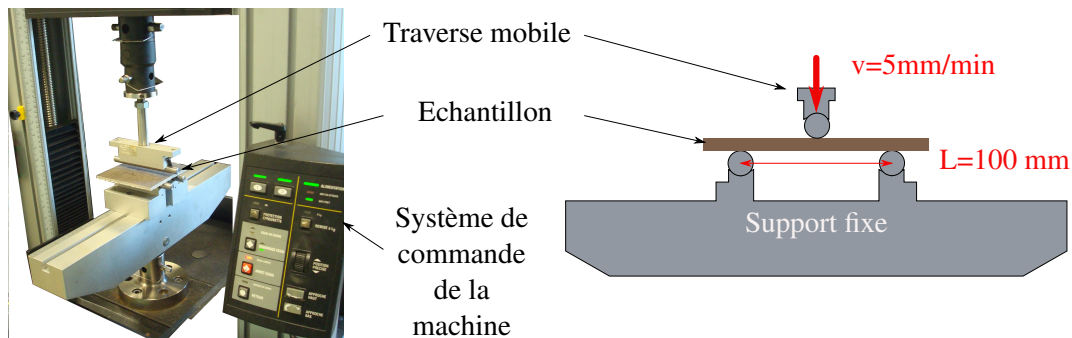


Figure 2.13 – Machine de flexion 3 points quasi-statique

Les données expérimentales sont utilisées pour calculer la contrainte maximale de flexion  $\sigma_{max}$ . Celle-ci est obtenue, dans le cas d'échantillons de type plaque, par :

$$\sigma_{max} = \frac{3F_{max}L}{2le^2} \times \frac{1}{1 - \nu_{xy}^2} \quad (2.25)$$

et le module de flexion  $K$  :

$$K = \frac{L^3}{4le^3} \frac{\Delta F}{\Delta s} \times \frac{1}{1 - \nu_{xy}^2} \quad (2.26)$$

Dans ces équations,  $F_{max}$  est le chargement maximal,  $l$  et  $e$  correspondent à la largeur et l'épaisseur de l'échantillon, respectivement.  $\nu_{xy}$  est le coefficient de Poisson du composite.  $\frac{\Delta F}{\Delta s}$  représente



la pente de la courbe force/déflexion dans le domaine linéaire. Le facteur  $1/(1 - \nu_{xy}^2)$  est ajouté en raison de la géométrie des échantillons. En effet, pour les besoins des essais d'impact, les échantillons sont des plaques carrées et la théorie des poutres n'est pas applicable. Ce facteur prend en compte le fait que l'échantillon ne peut pas s'étendre librement sur les côtés.

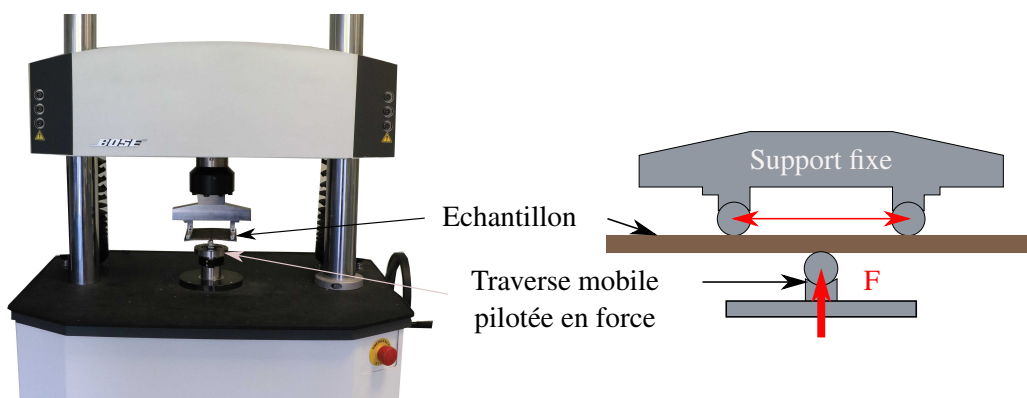
Cependant, le coefficient de Poisson est un paramètre assez difficile à estimer et les résultats portant sur les essais de flexion statique sont comparés entre eux sur des échantillons de type plaque, donc la contrainte maximale et le module de flexion ne seront pas calculés avec ces équations, mais avec les équations 2.27 et 2.28, correspondant aux calculs sur des échantillons de type poutre. En effet, la comparaison des résultats va permettre de s'affranchir du terme supplémentaire dépendant du coefficient de Poisson. Des essais ont été réalisés sur des échantillons non endommagés et non vieillis de 4, 6 et 8 plis de type bande et plaque afin d'estimer la valeur du coefficient de Poisson en comparant les valeurs de contraintes obtenues pour chaque type d'essai avec bande ou plaque, et la valeur du coefficient de Poisson obtenue de cette manière varie entre 0.19 et 0.23. Scida et al. [35] donnent une valeur du coefficient de Poisson égale à 0.16 pour un composite époxy/lin avec le même tissu et la même résine pour une fraction volumique de fibres de 40%. Les valeurs trouvées sont donc cohérentes. D'autre part, la suppression du facteur impliquant le coefficient de Poisson n'occasionne dans le pire des cas (si  $\nu_{xy} = 0.23$ ) qu'une erreur de 6%.

$$\sigma_{max} = \frac{3F_{max}L}{2le^2} \quad (2.27)$$

$$K = \frac{L^3}{4le^3} \frac{\Delta F}{\Delta s} \quad (2.28)$$

### 2.4.3.3 Essais de fatigue

Une fois les essais statiques réalisés, il est possible de passer aux essais dynamiques. Les plaques utilisées pour les essais sont également de forme carrée puisqu'elles doivent correspondre aux dimensions des plaques de l'essai d'impact. En effet, les essais dynamiques vont être un moyen de comparer l'endommagement d'un matériau impacté avec celui d'un matériau sain au départ.



Les essais dynamiques sont effectués sur une machine de fatigue BOSE 3520 (figure 2.14). Elle est équipée d'une cellule de force de 7.5 kN, permettant de piloter les essais en force. La déflexion est quant à elle mesurée en déterminant le déplacement de la traverse. Plusieurs paramètres sont à prendre en compte pour ce type d'essais : la fréquence (dépendant de la période  $T$  telle que  $f = \frac{1}{T}$ ), la force maximale  $F_{max}$  et la force minimale  $F_{min}$ , dépendante d'un ratio  $R = \frac{F_{min}}{F_{max}}$



que l'on va imposer. Dans le cadre des essais réalisés ici, le choix s'est porté sur une valeur de  $R = 0.1$ . Une fois toutes ces variables définies, la machine va réaliser des charges et décharges comme l'exemple donné sur la figure 2.15. Dans le cadre des essais de fatigue sur les échantillons sains, au moins 4 essais sont réalisés avec le même paramètre  $F_{max}$ .

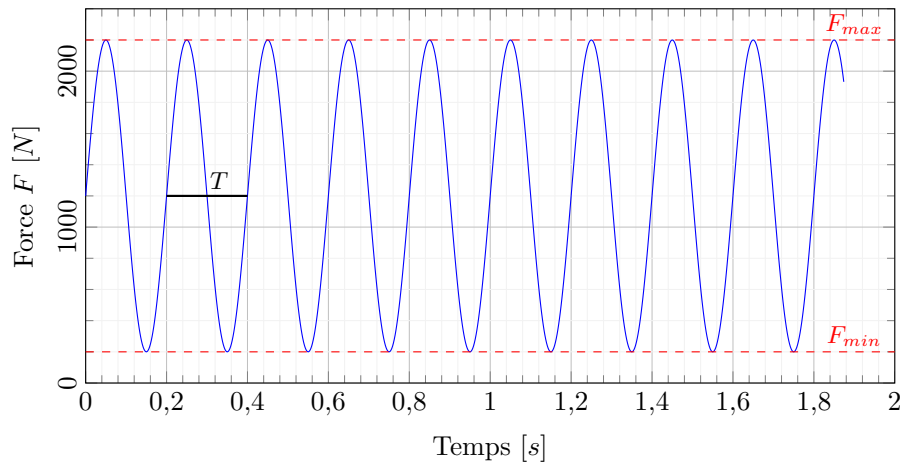


Figure 2.15 – Cycles de charge et décharge lors d'un essai de fatigue

La fréquence est fixée à 5 Hz pour tous les essais réalisés car elle permet d'avoir des essais suffisamment rapides tout en évitant un échauffement, que l'on peut observer avec des fréquences trop élevées, et qui peuvent altérer le comportement du matériau et les résultats. Ces paramètres sont ceux qui sont généralement utilisés lors des études de fatigue sur les matériaux lin/époxy [198, 199], comme par exemple lors de l'étude de Liang et al. [200] où le comportement en fatigue en traction de composites lin/époxy et verre/époxy ont été comparés.

## 2.5 Prise en compte du vieillissement

Dans le cadre des scénarios présentés au chapitre 1, des échantillons ont été vieillis selon deux méthodes :

- un vieillissement par immersion dans l'eau,
- un vieillissement naturel.

Le vieillissement par immersion dans l'eau est un vieillissement particulièrement sévère mais il permet d'estimer les pertes de propriétés que peut subir le matériau en même temps que sa capacité à absorber l'eau, qui peut être un paramètre important. Le vieillissement naturel, quant à lui, a été effectué pour obtenir des conditions d'essai plus réalistes. Cependant, les paramètres en jeu ne pouvaient être contrôlés (température, humidité) et c'est pour cette raison que peu d'essais ont été réalisés dans cette situation.

Les notations utilisées par la suite pour faire référence aux échantillons vieillis sont indiquées et expliquées dans l'annexe A.

### 2.5.1 Vieillissement par immersion dans l'eau

Dans le cadre des scénarios, des vieillissements dans l'eau ont été réalisés sur des éprouvettes neuves. Ce paragraphe vise à montrer l'évolution du vieillissement du composite lin/époxy en indiquant les paramètres spécifiques de leur prise d'eau.

Dans le cadre de ces travaux, deux vieillissements par immersion dans l'eau (eau du robinet) à température ambiante ont été réalisés. Le premier a duré 290 jours (soit un peu plus de 9 mois, référencé H9), tandis que le second a duré 67 jours (un peu plus de 2 mois, référencé H2). Les échantillons ont été positionnés de manière à ce que leurs deux faces soient en contact avec l'eau pour permettre une diffusion optimale. Pour chaque vieillissement, au moins trois éprouvettes de chacune des 3 épaisseurs ont été étudiées. Les échantillons étaient séchés rapidement à l'aide de papier absorbant et pesés régulièrement (méthode de la gravimétrie), permettant d'obtenir les courbes de diffusion de l'eau dans le composite. Une balance d'une précision de 0.1 mg a été utilisée pour ces mesures. L'objectif de ce travail était ainsi de pouvoir déterminer l'évolution de la prise de masse de ce type de matériau au cours du temps. Les bords de toutes les éprouvettes ont été recouverts de 3 couches de peinture blanche étanche<sup>3</sup>, afin d'empêcher la diffusion par les bords et de déterminer les paramètres d'absorption sur l'épaisseur du matériau. La peinture a été testée dans le cadre de la thèse de Saidane [162]. Un échantillon a été recouvert par 3 couches de peinture et plongé dans l'eau, et aucune évolution massique n'a été notée, montrant l'étanchéité de cette peinture.

Avec les masses mesurées, le pourcentage d'eau absorbée  $M_t$  peut être calculé à l'aide de l'équation 2.29.

$$M_t = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100 \quad (2.29)$$

avec  $W_0$  la masse de l'échantillon avant vieillissement, c'est-à-dire à  $t = 0$ , et  $W_t$  la masse de l'échantillon vieilli à l'instant  $t$ . Le facteur 100 rajouté à la fin de l'équation permet d'obtenir un pourcentage.

Lorsqu'un matériau est exposé à de l'eau ou à un environnement humide, il absorbe de l'eau au travers de ses surfaces. L'eau pénètre ensuite dans le volume du matériau, et la masse de ce dernier augmente donc au cours du temps. En général, deux types de lois de diffusion peuvent décrire ce comportement : la diffusion Fickienne et la diffusion non-Fickienne, présentant des anomalies de diffusion [201]. Ces deux comportements sont reconnaissables en observant les courbes représentant l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps. La figure 2.16 présente le rapport  $\frac{m_e(t)}{m_{e\infty}}$ , où  $m_e(t)$  représente la masse d'eau dans l'échantillon à l'instant  $t$  et  $m_{e\infty}$  la masse d'eau à saturation, en fonction de la racine carré du temps.

La courbe  $LF$  correspond à une évolution de la prise de masse d'eau de l'échantillon qui suit la loi de Fick. Dans la première partie de la courbe, l'évolution de la masse est linéaire en fonction de la racine carrée du temps, puis un palier de saturation est atteint. La première partie donne des informations sur la diffusivité, qui est liée à la vitesse de pénétration de l'eau à l'intérieur du matériau. Ce paramètre est en général dépendant de la température. Le palier de saturation fournit quant à lui la valeur de masse d'eau à saturation (c'est-à-dire lorsque  $t$  tend vers l'infini).

Les autres courbes,  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  sont caractéristiques d'anomalies de diffusion. Elles peuvent être caractérisées par l'absence de palier de saturation, comme les courbes  $A$  et  $B$ , ou au contraire

---

3. Référence de la peinture utilisée : Carrefour Bois Extérieur/Intérieur Bois Sat Blanc Cassé 0.5L 13080703

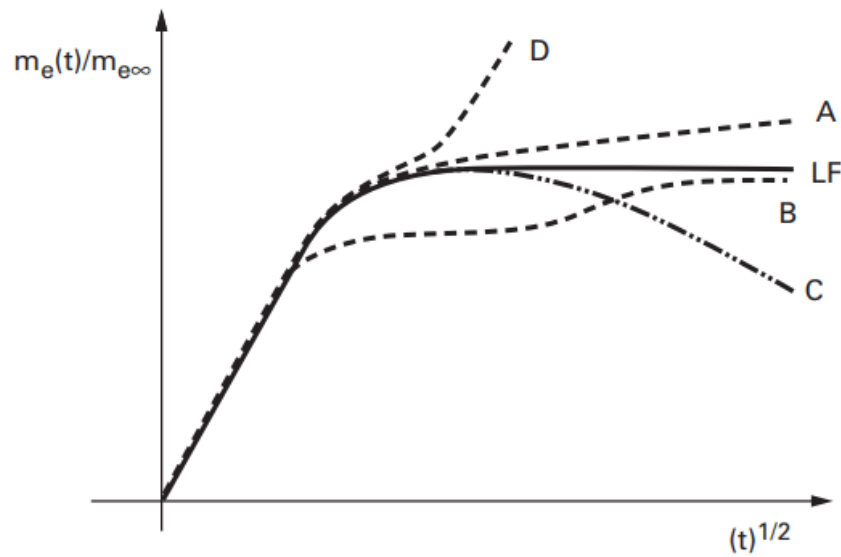


Figure 2.16 – Courbes typiques de prise de masse en fonction de la racine carrée du temps, avec LF correspondant à une évolution de la masse selon la loi de Fick, et A, B, C et D correspondant à des anomalies de diffusion [201]

par la présence de deux paliers comme dans le cas de la courbe D ou encore par une perte de masse après un certain temps de vieillissement (courbe C) [201, 202]. Ces anomalies peuvent être la conséquence de multiples facteurs tels que des réactions chimiques, des défauts de fabrication, des fissurations ou des endommagements.

Dans le cas de notre étude, le comportement des matériaux semble être en adéquation avec une diffusion fickienne, comme le montrent d'autres études sur le vieillissement hydrique de composites lin/époxy [28, 162, 183]. C'est pour cette raison que seul ce type de diffusion sera étudié par la suite.

L'hypothèse principale sur laquelle se base la loi de Fick est le libre déplacement des molécules d'eau sous l'effet du gradient de concentration. Cela induit un flux de concentration d'eau  $\vec{\varphi}$ , donné par la première loi de Fick [203], qui peut être déterminé à l'aide de l'équation 2.30 :

$$\vec{\varphi} = -\mathbf{D}\vec{\text{grad}} C \quad (2.30)$$

où  $C$  est la concentration en eau dans le matériau et  $\mathbf{D}$  est le tenseur de diffusivité. Le signe négatif présent devant indique que le flux se fait des zones à concentration élevée vers les zones moins concentrées.

La loi de conservation de la masse, où l'on considère que l'eau pénètre librement et sans interaction avec les autres constituants, permet d'obtenir l'équation 2.31 :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(\vec{\varphi}) \quad (2.31)$$

En combinant les équations 2.30 et 2.31, on obtient l'équation 2.32 :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(-\mathbf{D}\vec{\text{grad}} C) \quad (2.32)$$

Dans le cas d'une plaque dont les bords sont colmatés, comme c'est le cas dans cette étude, on peut retrouver un problème à une dimension, et l'équation 2.32 devient :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_z \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \quad (2.33)$$

où  $D_z$  est le coefficient de diffusion dans la direction  $z$ .

Les conditions initiales et aux limites sont les suivantes :

$$C = C_i \text{ pour } -\frac{h}{2} < z < \frac{h}{2} \text{ et } C = C_\infty \text{ pour } z = \left| \frac{h}{2} \right| \text{ à } t \geq 0 \quad (2.34)$$

La solution de l'équation 2.33 est alors donnée par le résultat suivant :

$$\frac{C - C_i}{C_\infty - C_i} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)} \cos\left(\frac{(2i+1)\pi}{h} z\right) \times \exp\left(-\pi^2 t D_z \frac{(2i+1)^2}{h^2}\right) \quad (2.35)$$

La masse totale d'eau  $M_t$  à l'instant  $t$  s'obtient en intégrant la concentration d'eau sur l'épaisseur du matériau et sur une aire  $A$  correspondant à la surface soumise au flux :

$$M_t = A \int_0^h C dz \quad (2.36)$$

En intégrant l'équation 2.35 à l'aide de l'équation 2.36, le modèle 1D de Fick peut être formulé de la façon suivante [203, 204] :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2} \exp\left(-\frac{(2i+1)^2 \pi^2 D_z t}{h^2}\right) \quad (2.37)$$

où  $M_t$  est la prise de masse à l'instant  $t$  et  $M_\infty$  est la prise de masse du matériau à saturation.

Dans l'équation 2.37, tous les paramètres sont connus, hormis la prise de masse à saturation  $M_\infty$  et le coefficient de diffusion  $D_z$  qui doivent être calculés à l'aide d'un algorithme d'optimisation.

Pour déterminer ces paramètres, un programme d'optimisation a été réalisé à l'aide de la fonction "fminsearch" dans MATLAB. A partir des données expérimentales, l'optimisation se base sur la minimisation de l'erreur quadratique  $q$  faisant la différence entre les résultats de masses d'eau mesurés expérimentalement  $M_{exp}(t_i)$  aux instants  $t_i$  et les masses d'eau calculées analytiquement  $M_a$  à ces mêmes instants  $t_i$ .

Ainsi, l'erreur quadratique s'exprime sous la forme suivante :

$$q = \sum_{i=1}^n (M_a(t_i) - M_{exp}(t_i))^2 \quad (2.38)$$

où  $n$  est le nombre de mesures réalisées durant les essais. L'algorithme utilisé pour déterminer les paramètres optimaux est décrit dans le diagramme présenté sur la figure 2.17.

Les mesures de masse expérimentales sont données en fonction du temps dans les figures 2.18 et 2.19, la première correspondant aux résultats obtenus sur les échantillons vieillis pendant 290 jours (H9) et la seconde correspondant aux résultats des échantillons vieillis pendant 67 jours (H2). Les évolutions théoriques moyennes de la prise de masse des échantillons ont été déterminées à partir de la loi de Fick selon le programme d'optimisation décrit à la figure 2.17 et sont également tracées sur les figures. Les mesures d'évolution massique ont été plus fréquentes dans le cas des échantillons vieillis pendant 67 jours et permettent d'obtenir des résultats plus précis concernant les modèles que dans le cas des échantillons vieillis pendant 290 jours. Cependant, les résultats

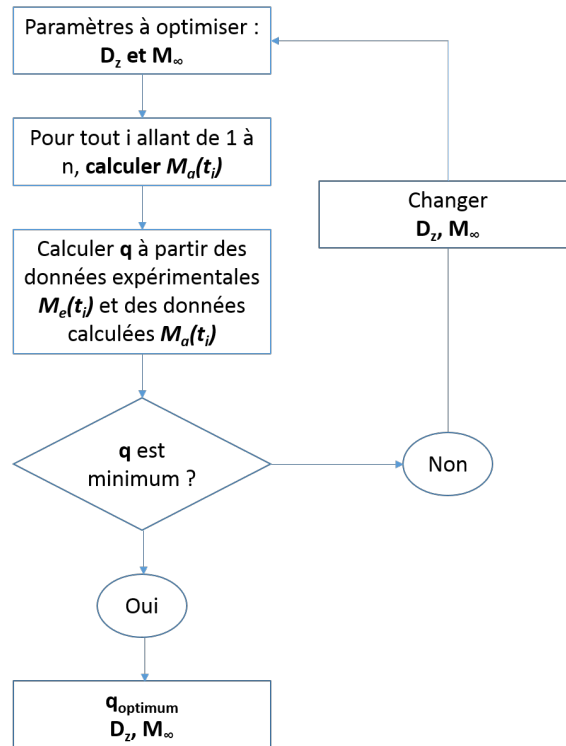


Figure 2.17 – Diagramme d'optimisation des paramètres de diffusion

des échantillons H9 permettent de déterminer le comportement des matériaux une fois la saturation atteinte.

Comme on peut le voir, plus le matériau est fin, et plus la saturation est atteinte rapidement. C'est ainsi le 4 plis qui sature le premier, suivi du 6 plis, et enfin du 8 plis. En observant les points expérimentaux de la figure 2.18, on note que le 4 plis atteint une valeur de prise de masse maximale, puis cette valeur diminue progressivement par la suite. Le même phénomène semble apparaître dans le cas du 6 plis, et est très léger sur le 8 plis. Des résidus de fibres et de matrice ont été observés dans les bassins contenant les éprouvettes, et il semble que les échantillons perdent de la matière au cours de leurs vieillissements. Une observation similaire a été faite par Berkettis et al. [205] lors de l'étude du vieillissement hydrique de matériaux composites verre/polyester. Au début, la masse des composites augmente en raison de l'absorption d'eau, puis, au bout d'un certain temps, diminue à cause de pertes de matériau, en particulier dues à la dissolution de la matrice. Par conséquent, le temps de vieillissement sur les échantillons doit être pris en compte, même si la saturation est atteinte. Bien que la comparaison n'ait pas été faite dans ce travail, il pourrait être intéressant de déterminer si les propriétés mécaniques des échantillons ayant été testés juste après avoir atteint leur niveau de saturation sont les mêmes que pour des matériaux laissés pendant une durée plus longue dans l'eau.

Le tableau 2.7 indique les paramètres de diffusion  $\frac{D}{h^2}$  ainsi que les prises de masse à saturation  $M_\infty$  moyens des matériaux calculés et déterminés à partir des résultats expérimentaux. Le coefficient de diffusion est divisé par l'épaisseur au carré afin de prendre en compte les variations d'épaisseur entre les différents lots d'échantillons. Les prises de masse à saturation des échantillons L6H2 et L8H2 ne sont pas indiquées dans le tableau, les échantillons n'ayant pas encore atteint la saturation lors de la détermination des paramètres de diffusion.

Les données présentes dans le tableau montrent que les valeurs des paramètres de diffusion

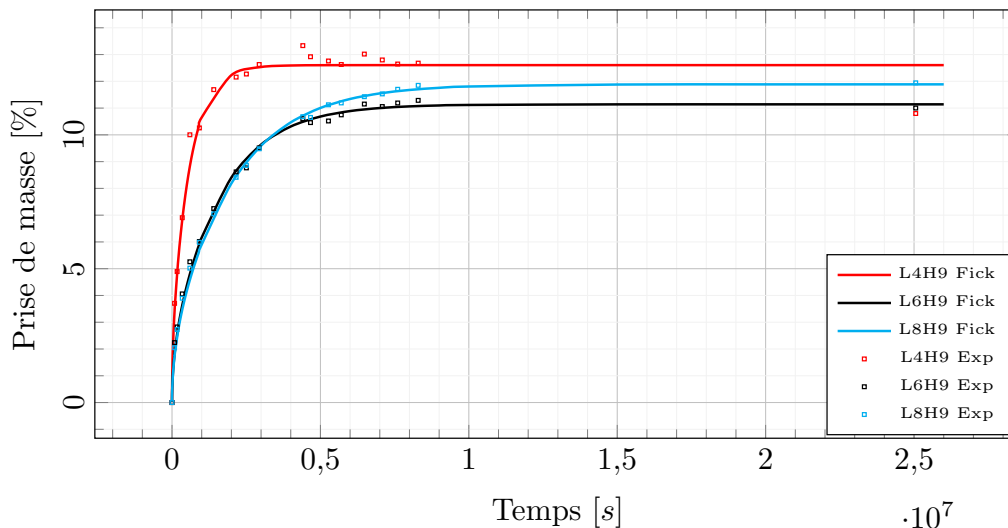


Figure 2.18 – Courbes d’absorption expérimentales (Exp) et théoriques (Fick) des échantillons vieillis dans l’eau pendant 290 jours

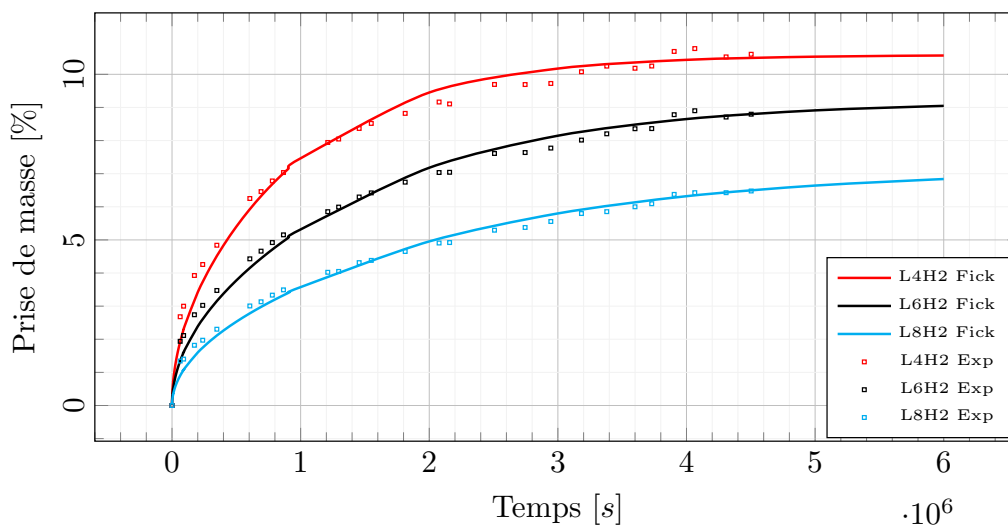


Figure 2.19 – Courbes d’absorption expérimentales (Exp) et théoriques (Fick) des échantillons vieillis dans l’eau pendant 67 jours

Type d’échantillon	Paramètre de diffusion $\frac{D}{h^2}$ ( $s^{-1}$ )	Prise de masse à saturation $M_{\infty}$ (%)
L4H9	$1.68 \pm 0.28 \times 10^{-7}$	$12.61 \pm 3.42$
L6H9	$6.05 \pm 0.03 \times 10^{-8}$	$11.14 \pm 0.64$
L8H9	$4.85 \pm 0.20 \times 10^{-8}$	$11.89 \pm 0.94$
L4H2	$1.02 \pm 0.05 \times 10^{-7}$	$10.59 \pm 1.49$
L6H2	$6.62 \pm 0.64 \times 10^{-8}$	-
L8H2	$4.91 \pm 0.25 \times 10^{-8}$	-

Tableau 2.7 – Détermination des paramètres de diffusion et des prises de masse des échantillons de 4, 6 et 8 plis

en relation avec le coefficient de diffusion dans les matériaux sont similaires pour les deux durées de vieillissement et pour les mêmes épaisseurs, ce qui était pressenti. Cependant, on observe que les prises de masse d'eau à saturation sont inférieures dans le cas du vieillissement H2 par rapport au vieillissement H9. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer ce phénomène. Tout d'abord, les plaques des essais de H2 étaient moins espacées dans leur bassin, et il est possible que l'eau ait eu moins facilement accès aux surfaces, conduisant ainsi à une absorption d'eau moins importante. D'autre part, du fait de la fréquence des mesures gravimétriques plus élevée, les échantillons étaient aussi plus souvent séchés en surface, ce qui a pu altérer la prise de masse. Enfin, les matériaux de 6 et 8 plis n'avaient pas encore atteint la saturation après un vieillissement de 2 mois, ce qui peut fausser la valeur calculée par le modèle pour les prises de masse à saturation. Cependant, la prise de masse reste assez importante, et il sera intéressant par la suite de connaître les conséquences de ce vieillissement dans l'étude du comportement à l'impact de ces matériaux (paragraphe 3.4.1 du chapitre 3), et dans les parties suivantes sur l'analyse post-impact (paragraphe 4.3.1.3 du chapitre 4).

Une autre preuve de l'influence de l'eau sur les échantillons est donnée par l'évolution de l'aspect des surfaces des éprouvettes, comme les photos de la figure 2.20 le montrent. La photo 2.20.a) présente l'aspect d'une éprouvette avant vieillissement hydrique. Sur cette photo, la matrice est visible et il est également possible de voir les fibres au travers, bien qu'elles ne soient pas très nettes. De petites aspérités en surface de la matrice sont également observables. En revanche, sur la photo 2.20.b) de l'éprouvette après vieillissement hydrique, la matrice n'est plus visible et les fibres sont particulièrement nettes. Le matériau a également jauni. Au vu de ces observations, il semble qu'une partie de la matrice est enlevée par l'eau au cours du vieillissement, ce qui est en accord avec les mesures de masse. Pour évaluer plus précisément l'effet de l'eau sur la dissolution de la matrice, il serait judicieux de désorber le matériau et de comparer sa masse après désorption à sa masse initiale.



a) Avant vieillissement hydrique    b) Après vieillissement hydrique

Figure 2.20 – Photographies d'un échantillon lin/époxy (a) avant et (b) après le vieillissement dans l'eau (H9)

Enfin, des observations sur des petits morceaux d'échantillons vieillis dans l'eau ont été réalisées à l'aide d'un microscope à balayage électronique (MEB). Elles ont eu lieu après désorption des matériaux, pour des raisons techniques (la présence d'eau ne permet pas de faire le vide correctement avec le MEB dont nous disposons). Les échantillons désorbés ont été retirés de l'eau et ont passé 4 mois à température ambiante avant d'être analysés. Des petits morceaux carrés d'environ 1 cm de longueur ont été découpés dans les échantillons pour pouvoir les placer dans le microscope. Certaines des images obtenues sur les matériaux vieillis sont montrées sur la fi-



gure 2.21. L'image 2.21.a) correspond à la vue globale du morceau d'éprouvette étudié. Des petits points noirs sont visibles, correspondant à des zones où il n'y a pas de résine. L'image 2.21.b) montre quant à elle plus en détails les endommagements matriciels causés par le vieillissement hydrique ainsi que la dégradation de l'interface fibre/matrice puisque l'on peut voir que les fibres ne sont plus du tout solidaires de la matrice dans cette zone. Enfin, l'image 2.21.c) montre un autre endommagement matriciel sous forme de fissure, et on peut également voir à l'intérieur des fibres cassées. D'autres études ont montré que la forte propension des fibres naturelles à absorber l'eau peut conduire à des gonflements ainsi qu'à des vides au niveau des interfaces [158, 169]. Les observations réalisées ici semblent encore une fois montrer que le gonflement des fibres lors du vieillissement hydrique peuvent causer une perte de masse au niveau de la résine, lorsque le temps passé dans l'eau est long. Les vides présents autour des fibres peuvent également être dus au gonflement des fibres lors du vieillissement, puis à leur diminution de diamètre après désorption.

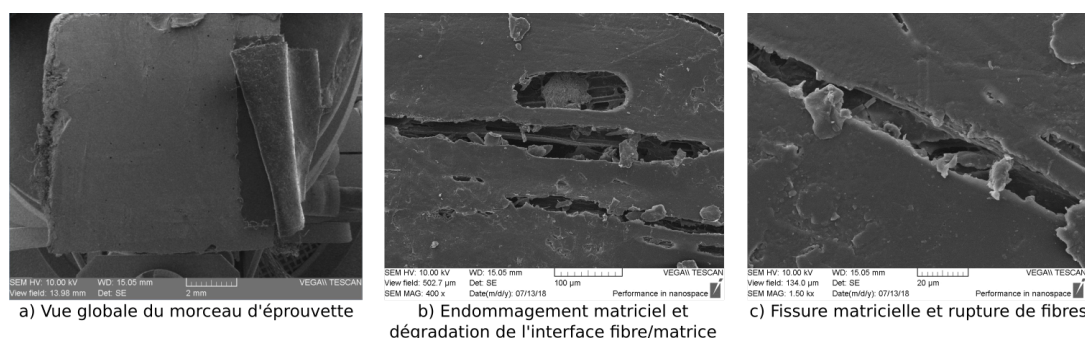


Figure 2.21 – Images MEB des échantillons vieillis dans l'eau : (a) Vue globale de l'échantillon testé, (b) observation des endommagements matriciels et des dégradations à l'interface fibre/matrice et (c) fissures matricielles et ruptures de fibres

## 2.5.2 Vieillissement naturel

Dans le cadre du scénario 4, des échantillons ont été vieillis de manière naturelle. Pour cela, quatre échantillons d'une épaisseur de 4 plis ont été placés à l'extérieur, et ont donc été soumis aux aléas climatiques tels que la chaleur, la pluie ou la neige. Les échantillons ont été placés sur un balcon à Annecy<sup>4</sup> à partir du 11 Novembre 2016 jusqu'au 20 Juin 2017 (220 jours), date à laquelle ils ont été récupérés pour être testés à l'impact. Cela correspond à un peu plus de deux saisons, comprenant l'hiver et le printemps dans leurs totalités, soit environ 7 mois. La figure 2.22 montre la disposition des échantillons. Ces derniers sont posés à plat sur une table, et le balcon est exposé en direction du Nord/Nord-Est. Le climat est de type continental montagnard, et se caractérise notamment par une humidité marquée [206].

Les différents paramètres pouvant altérer le matériau au cours de ce vieillissement ont été obtenus à l'aide des données de la station météorologique la plus proche<sup>5</sup> [207]. Les courbes d'évolution des températures maximales, moyennes et minimales par semaine sont données sur la figure 2.23, les évolutions des humidités relatives maximales, moyennes et minimales apparaissent sur la figure 2.24, tandis que les courbes de précipitations sont données sur la figure 2.25.

Comme on peut l'observer à l'aide de ces résultats, les températures varient dans une fourchette assez large, soit entre  $-9.2^{\circ}\text{C}$  pour la température minimale et  $31.4^{\circ}\text{C}$  pour la température

4. Coordonnées GPS :  $45^{\circ}55'23.0''\text{N } 6^{\circ}07'23.0''\text{E}$

5. Station d'Annecy-Meythet, référence Météo France : 74182001, coordonnées GPS :  $45^{\circ}55'52.7''\text{N } 6^{\circ}06'25.7''\text{E}$





Figure 2.22 – Disposition des échantillons lors du vieillissement naturel

maximale. D'autre part, les précipitations ont été assez fréquentes, avec un total de précipitations de 332 mm au total. De plus, des chutes de neige ont eu lieu au cours de la 8<sup>ème</sup> semaine, et la neige a recouvert les éprouvettes durant quelques jours. Enfin, l'humidité relative était assez importante en hiver, avoisinant les 80% en moyenne, et a diminué au printemps pour se rapprocher des 60%. Ces phénomènes ont ainsi pu affecter les propriétés du matériau, puisque comme on l'a déjà montré au paragraphe 2.5.1, les composites à fibres végétales ont une forte capacité d'absorption d'eau.

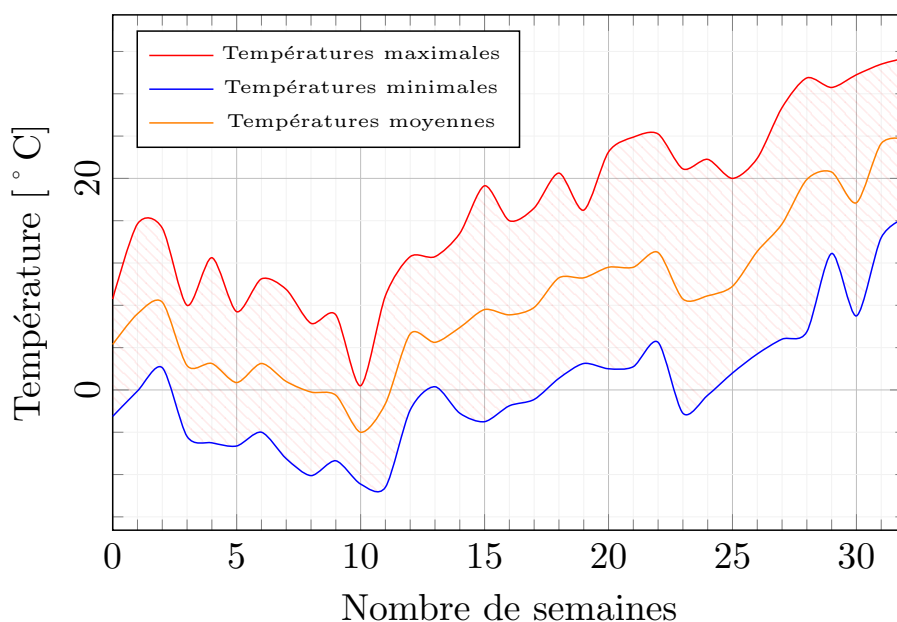


Figure 2.23 – Evolution des températures maximales, minimales et moyennes en extérieur à Anancy par semaine

A la fin du vieillissement naturel, les échantillons ont été photographiés et leur aspect a été comparé à celui qu'ils avaient initialement. La figure 2.26 présente la photo 2.26.a) représentant l'un des échantillons avant le vieillissement, tandis que la photo 2.26.b) montre le résultat obtenu

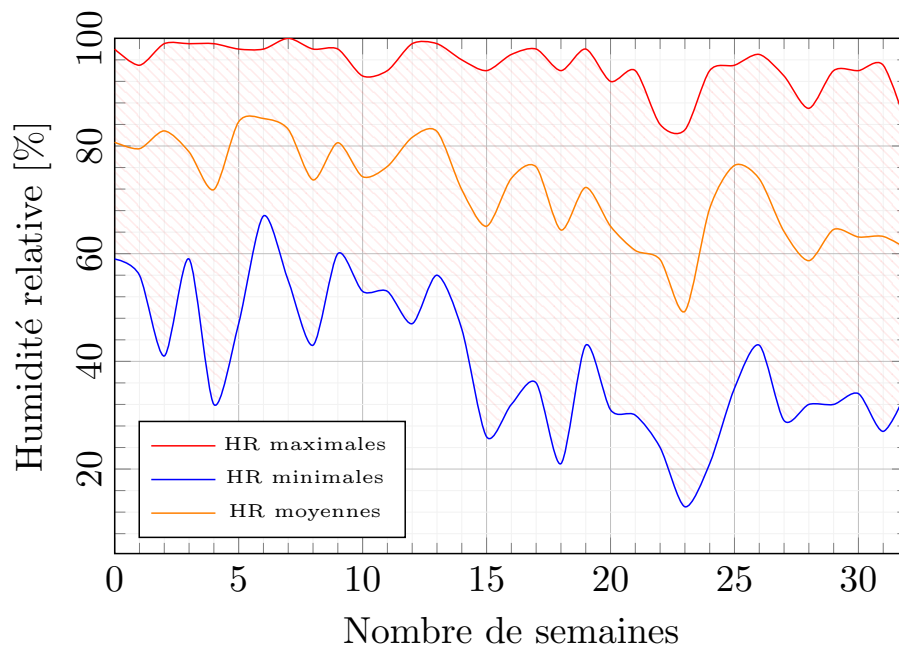


Figure 2.24 – Evolution des humidités relatives (HR) maximales, minimales et moyennes en extérieur à Annecy par semaine

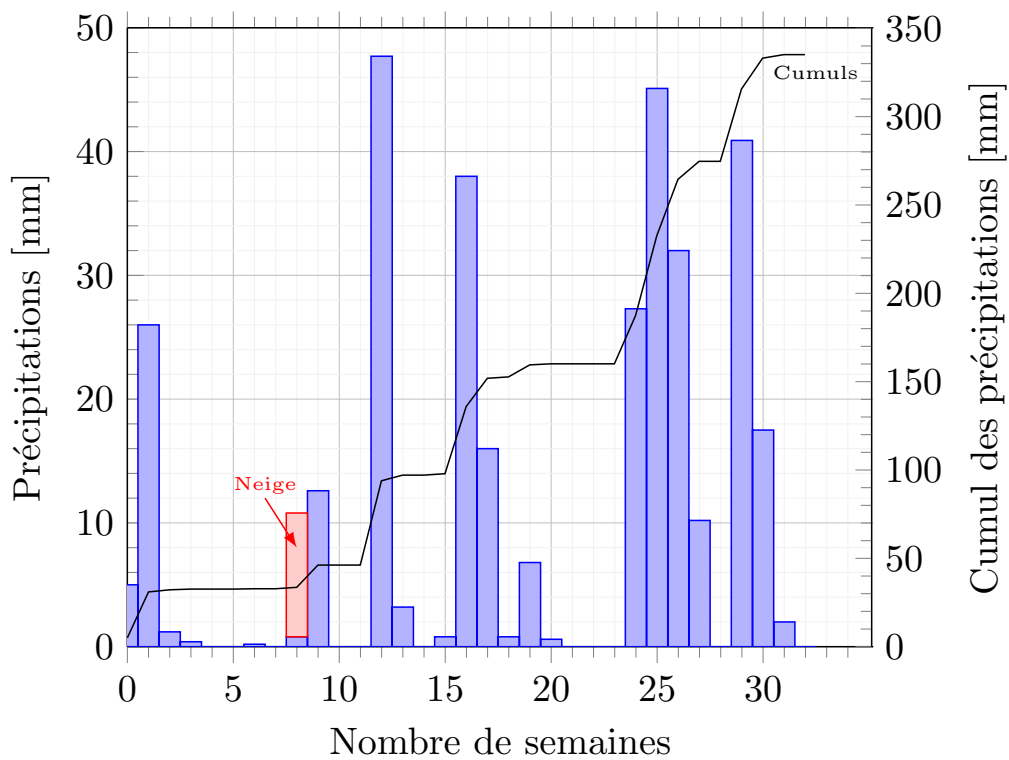


Figure 2.25 – Précipitations et chutes de neige à Annecy par semaine, et cumul des précipitations

après que l'échantillon ait passé 220 jours à l'extérieur, soumis aux aléas météorologiques. Le vieillissement naturel a causé un jaunissement important du matériau et par conséquent des fibres (la matrice étant transparente). Cela s'explique notamment par le fait que les échantillons ont été soumis de manière importante à la lumière et aux rayonnements UV puisqu'ils ont été exposés au soleil de façon prolongée, causant ainsi une décoloration du matériau [172, 208]. D'autre part, comme cela a été montré précédemment dans l'étude du vieillissement hydrique, l'humidité et généralement l'eau sous toutes ses formes (pluie, neige...) modifie également l'aspect des matériaux. Les fibres apparaissent ainsi de façon très nette, comme c'était déjà le cas après le vieillissement dans l'eau. Ces changements d'aspect montrent que le matériau subit quelques transformations au cours de son vieillissement, mais ne signifient pas forcément une perte de propriétés mécaniques, comme cela sera montré par la suite dans l'analyse en flexion 3 points post-impact de ces échantillons.

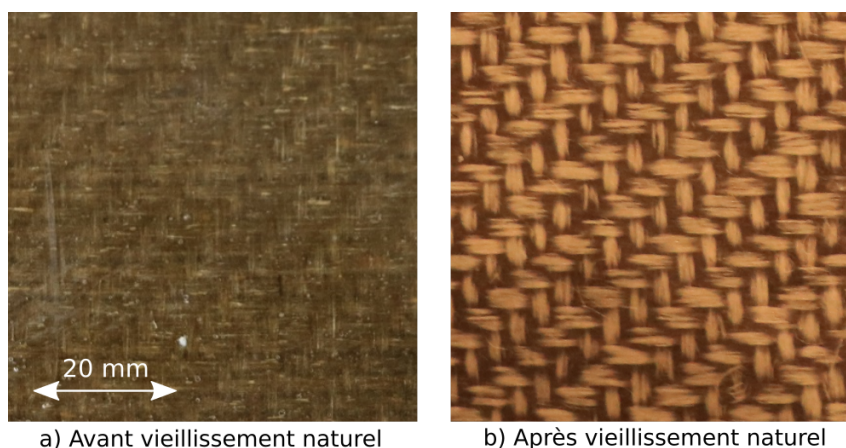


Figure 2.26 – Aspect d'un échantillon lin/époxy (a) avant et (b) après le vieillissement naturel de 220 jours

## 2.6 Conclusion

Le travail de cette thèse repose beaucoup sur du travail expérimental. L'essai d'impact est notamment l'un des points particulièrement importants de ce travail, c'est pour cette raison que beaucoup d'attention y est portée. En effet, en plus du système d'impact que j'ai développé en amont de ce travail, la machine a été instrumentée avec les capteurs adéquats et des caméras rapides ont été utilisées pour obtenir un maximum d'informations afin d'analyser finement le comportement à l'impact des matériaux. D'autre part, des essais préalables à l'impact et sur matériaux sains doivent être réalisés si l'on souhaite pouvoir comparer le comportement du matériau une fois impacté avec son comportement lorsqu'il est neuf. De plus, on s'intéresse également aux sollicitations pré-impact, qui peuvent être de la fatigue ou du vieillissement, et qui vont permettre de vraiment évaluer l'état du matériau et sa fiabilité dans le temps ou lorsqu'il est soumis à des contraintes particulières.

Les essais réalisés peuvent être divisés en trois différentes parties :

- les essais pré-impact, permettant de caractériser le matériau sain, ainsi que de le vieillir ou de la fatiguer en amont de l'impact.
- les essais d'impact, qui vont être particulièrement importants puisque c'est lors de ces essais que l'on va pouvoir comprendre les différents phénomènes d'endommagement.
- les essais post-impact, qui permettent d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques du matériau suite à l'impact.

Les différents types d'essais réalisés sont répertoriés dans le tableau 2.8.

Essai	Données brutes	Caractéristiques	Réalisé avant impact	Réalisé après impact
Traction	Force / Déformation - images (appareil-photo)	Module d'Young - coefficients de Poisson - contrainte à rupture	✓	✗
Flexion	Force / Déformation	Module de flexion - contrainte à rupture	✓	✓
Fatigue	Nombre de cycles - déplacements au cours des cycles	Courbe S-N	✓	✓
Impact	Accélération - force - images (caméras rapides)	déplacements - déformations - courbe force / déflexion	✗	✗
Vieillessement dans l'eau	Evolution massique	Paramètres d'absorption - aspect de l'échantillon	✓	✗
Vieillessement naturel	Conditions climatiques	Aspect de l'échantillon	✓	✗

Tableau 2.8 – Tableau récapitulatif des différents essais

# 3

## Comportement à l'impact des matériaux composites à fibres de lin

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>92</b>
<b>3.2</b>	<b>Détermination des énergies de premier endommagement visible et de perforation des échantillons</b>	<b>92</b>
<b>3.3</b>	<b>Impact sur des matériaux sains (scénario 1)</b>	<b>93</b>
3.3.1	Analyse standard de l'impact	94
3.3.2	Détection des endommagements causés lors de l'impact à l'aide de l'imagerie rapide	103
3.3.3	Analyse par stéréo-corrélation d'images de l'impact	106
3.3.4	Impact sur des composites verre/epoxy sains	117
<b>3.4</b>	<b>Impact sur des matériaux vieilliss</b>	<b>119</b>
3.4.1	Vieillissement par immersion dans l'eau (scénario 3)	119
3.4.2	Vieillissement naturel (scénario 4)	123
<b>3.5</b>	<b>Comparaison des résultats des différents scénarios</b>	<b>125</b>
3.5.1	Résultats de l'analyse standard	125
3.5.2	Résultats de l'analyse par stéréo-corrélation d'images	128
<b>3.6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>131</b>

---

### 3.1 Introduction

Le travail présenté dans ce mémoire porte principalement sur le comportement à l'impact des matériaux composites lin/époxy. Il est donc particulièrement important d'avoir une très bonne compréhension des phénomènes qui apparaissent durant un impact. Des essais ont été réalisés sur les échantillons avec 4, 6 et 8 plis et avec des niveaux d'énergie différents allant jusqu'à la perforation. Dans ce chapitre, nous étudions également le comportement du matériau à l'impact après qu'il ait subi des contraintes telles qu'un vieillissement par immersion dans l'eau ou encore un vieillissement naturel. Cela correspond à la partie impact des scénarios présentés dans le premier chapitre. Pour étudier l'impact, nous disposons de nombreux éléments, qui sont les données indiquées par les capteurs présents sur la tour de chute, mais également les images enregistrées par les caméras rapides au cours de l'essai. Grâce à ces images, il est donc possible d'étudier l'évolution de l'impact au cours du temps en analysant par exemple le développement des fissures. D'autres d'informations sont obtenues en utilisant la technique de stéréo-corrélation d'images (SIC). A partir d'un mouchetis de peinture noir et blanc, différentes zones de l'échantillon peuvent être analysées distinctement. Avec cette dernière méthode, il est possible de déterminer les champs de déplacement et leur évolution au cours de l'impact, nous procurant ainsi des informations particulièrement riches.

Ce chapitre s'articule autour de 3 paragraphes bien définis, correspondant à l'impact sur matériaux sains dans un premier temps (scénario 1), suivi d'un deuxième paragraphe traitant de l'impact sur des matériaux vieillis (scénarios 3 et 4) avant de synthétiser et comparer les différents résultats dans une troisième partie. Les paragraphes sont partagés en plusieurs sous-parties, correspondant à l'analyse standard de l'impact, suivie de l'analyse utilisant l'imagerie rapide et la SIC. La partie concernant l'impact simple contient également les résultats d'essais d'impact réalisés avec une énergie de 10 J sur des composites verre/époxy ayant 3 épaisseurs différentes : 4, 6 et 8 plis, afin de réaliser une comparaison entre les différents matériaux.

Les notations qui seront utilisées dans ce chapitre et ultérieurement pour faire référence aux différents échantillons sont indiquées et expliquées dans l'annexe A.

### 3.2 Détermination des énergies de premier endommagement visible et de perforation des échantillons

Pour mieux définir les énergies d'impact à utiliser pour réaliser les différents essais, notamment au regard des scénarios, une série d'essais a été réalisée pour déterminer les énergies de premier endommagement visible et de perforation des échantillons. Pas moins d'une vingtaine d'essais ont été réalisés sur des plaques de 4, 6 et 8 plis avec des énergies d'impact croissantes à chaque fois incrémentées d'une valeur d'environ 2.5 J, en faisant varier la hauteur de chute avec une masse d'impacteur constante. Les énergies de premier endommagement visible et de perforation ont ensuite été déterminées à partir de l'observation à l'œil nu de l'état des plaques post-impact. Pour vérifier la répétabilité des zones d'impact, les essais ont été reproduits au moins 3 fois autour des niveaux d'énergie concernés. Les résultats sont donnés dans la figure 3.1.

L'énergie de premier endommagement visible, aussi appelé BVID (Barely Visible Impact Da-

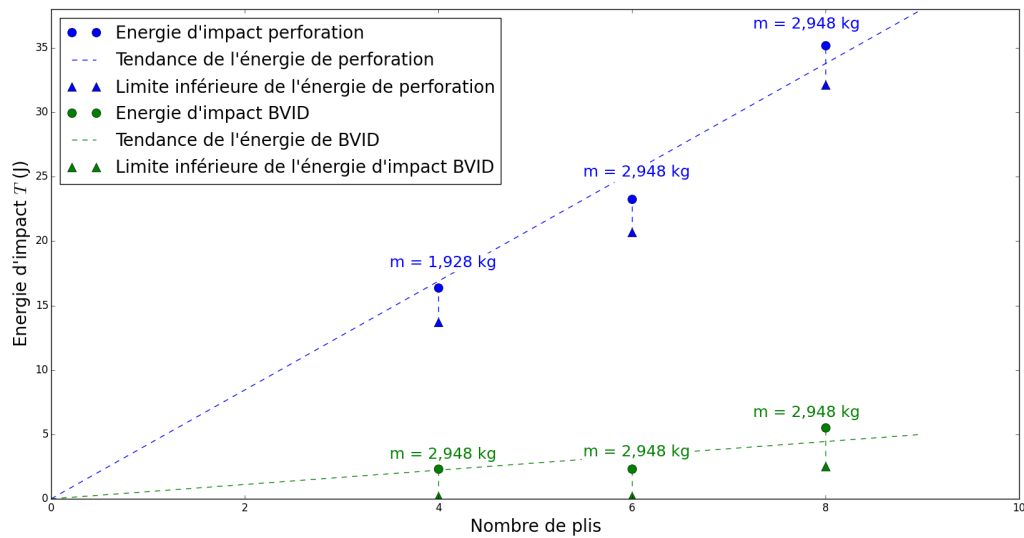


Figure 3.1 – Détermination des énergies de perforation visible et de premier endommagement visible (BVID) sur les échantillons lin/époxy de 4, 6 et 8 plis (L4, L6 et L8)

mage) dans le domaine de l'aéronautique, est définie comme l'énergie à partir de laquelle des microfissures de la matrice se créent et se caractérisent par l'apparition d'un "point blanc" sur la face impactée au niveau du point d'impact [209]. L'énergie de perforation est également déterminée par l'observation post-impact de la plaque. Dans ce cas, on considère que la perforation est complète seulement si on peut voir une ouverture dans la plaque. Il sera montré plus loin (paragraphe 3.3) que la valeur d'énergie obtenue par observation post-impact est plus importante (perforation visible) que celle de l'énergie de perforation réelle, puisque les images de l'impact, notamment à déflexion maximale, montrent que sur certains essais, il y a perforation, mais le retour élastique de la plaque masque la perforation à l'état final.

On observe que les premiers endommagements visibles apparaissent assez rapidement sur chaque type de plaque puisqu'ils sont observés entre 0 et 2.5 J pour le 4 et 6 plis, et entre 3 et 5.5 J pour le 8 plis. Quant aux énergies de perforations, leurs valeurs sont respectivement de  $15.0 \pm 1.3$  J,  $22.0 \pm 1.3$  J et de  $33.7 \pm 1.5$  J pour le 4, 6 et 8 plis. Ces résultats permettent d'identifier un niveau d'énergie commun aux trois types d'échantillons situé entre les énergies de BVID et de perforation. Une énergie de 10 J a été retenue pour réaliser l'ensemble des essais des différents scénarios. Cette valeur, retenue pour les échantillons de 4, 6 et 8 plis se situe dans une zone comprise entre le premier endommagement et la perforation. Par ailleurs, cette énergie est représentative d'un impact tel que la chute d'un objet sur une structure composite.

### 3.3 Impact sur des matériaux sains (scénario 1)

Des essais à différents niveaux d'énergie pour les échantillons de 4, 6 et 8 plis ont été réalisés. Ces niveaux sont espacés de 5 Joules chacun, en partant d'une énergie de départ de 5 Joules jusqu'à l'énergie de perforation. Une série d'essais a été mise en œuvre en faisant varier l'énergie d'impact

par le biais de la hauteur de chute et donc de la vitesse d'impact. En revanche, la masse est restée constante (environ 3 kg) durant tous les essais. La procédure et le dispositif utilisés pour ces essais ont été décrits dans le paragraphe 2.4.2.

### 3.3.1 Analyse standard de l'impact

Avant d'utiliser des techniques de corrélation d'images numériques lors des essais, le choix s'est porté sur une étude détaillée des résultats obtenus lors des essais d'impact en utilisant l'instrumentation classique. En effet, la tour de chute est équipée d'un accéléromètre d'impact et d'un capteur de force, permettant l'obtention de nombreuses données concernant l'impact, comme expliqué dans la partie 1.3. Grâce à l'instrumentation, il est possible de mesurer de nombreux paramètres : l'énergie d'impact (à l'aide de la vitesse d'impact), l'énergie absorbée par le matériau ainsi que l'énergie renvoyée, la charge maximale, la raideur dynamique de l'échantillon, la valeur de la déflexion maximale ainsi que la durée totale de l'impact. Ces informations permettent de bien caractériser le matériau et de mieux connaître son comportement à l'impact.

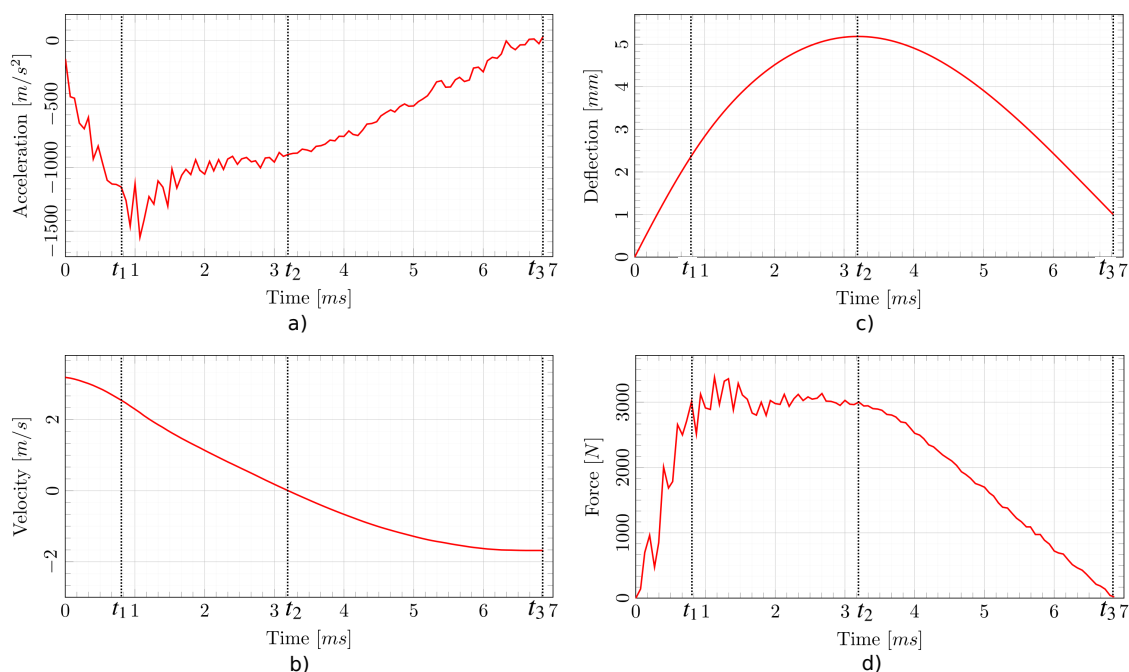


Figure 3.2 – Courbes obtenues lors d'un essai d'impact avec une énergie de 15 J sur un échantillon lin/époxy 8 plis (L8I-15J) : a) accélération, b) vitesse, c) déflexion calculées à partir des données de l'accéléromètre et d) force en utilisant les données du capteur de force

La figure 3.2 donne un exemple des résultats obtenus pour un essai d'impact réalisé avec une énergie de 15 Joules sur un échantillon 8 plis. Les figures 3.2a à c montrent les évolutions de l'accélération, la vitesse et le déplacement de l'impacteur en fonction du temps, et par conséquent de la partie supérieure de l'échantillon puisqu'on considère qu'il y a un contact parfait entre l'impacteur et l'échantillon. La figure 3.2d présente quant à elle la courbe force/temps obtenue à l'aide du capteur de force durant le même essai. La force et l'accélération sont des informations directement données par les capteurs, mais la vitesse et le déplacement sont calculés. Les détails de la méthode utilisée pour ces calculs sont indiqués dans le paragraphe 2.4.2.

En regroupant les données du capteur de force et de l'accéléromètre, et sachant que ces capteurs sont synchronisés, il est possible d'exprimer l'évolution de la force en fonction de la déflexion, comme montré dans la courbe présentée sur la figure 3.3. Ce type de courbe est particulièrement



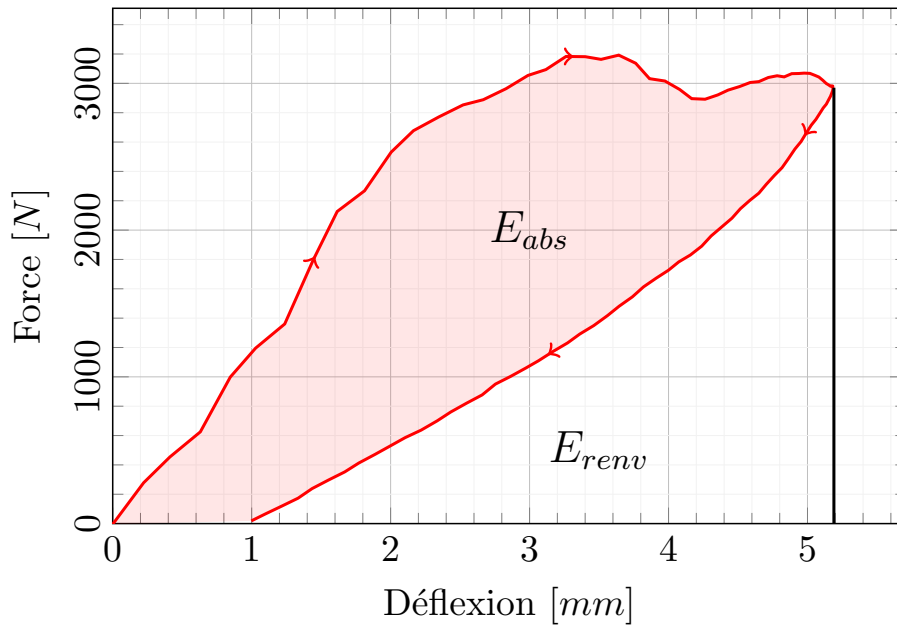


Figure 3.3 – Courbe force/déflexion obtenue lors d'un essai d'impact avec une énergie de 15 J sur un échantillon lin/époxy 8 plis (L8I-15J) sans perforation (après lissage)

rement intéressant pour analyser le comportement du matériau au cours de l'impact. En effet, l'aire à l'intérieur de la courbe indique l'énergie absorbée  $E_{abs}$  tandis que l'énergie située en-dessous de la courbe après la déflexion maximale donne l'énergie renvoyée  $E_{renv}$ . D'autre part, à partir de ces courbes, la raideur dynamique<sup>1</sup> des échantillons peut être calculée en déterminant la pente initiale de chacune des courbes puis la valeur de force maximale ainsi que la déflexion maximale peuvent être obtenues. Enfin, la durée de l'impact est également un paramètre à prendre en compte. Ce dernier paramètre peut être obtenu en étudiant les courbes force/temps. Sur la figure 3.3, il est mis en évidence que la force de contact maximale ne coïncide pas forcément avec la déflexion maximale, comme cela a également été observé dans d'autres études [78].

Sur la figure 3.2, trois instants spécifiques  $t_1$ ,  $t_2$  et  $t_3$  sont mis en évidence. A l'instant  $t_1$ , la décélération et la force atteignent (ou sont très proches d'atteindre) leurs maximums. Il sera montré par la suite, avec explications à l'appui, que cet instant correspond à l'apparition de la première fissure visible. L'instant  $t_2$  correspond au moment où l'échantillon et l'impacteur arrivent à la déflexion maximale et où la vitesse de l'impacteur s'annule. Cela signifie que l'impacteur s'arrête avant de remonter. Enfin, l'instant  $t_3$  est le moment à partir duquel l'impacteur n'est plus en contact avec l'échantillon. La force est donc égale à zéro.

Les paragraphes suivants indiquent les résultats obtenus en utilisant les données de l'accéléromètre et du capteur de force pour des échantillons avec 4, 6 et 8 plis testés à différents niveaux d'énergie. Les photographies des échantillons post-mortem sont également présentées.

1. Dans cette étude, la pente initiale est appelée raideur dynamique par abus de langage et ne constitue pas un paramètre matériau.

### 3.3.1.1 Résultats des essais d'impact sur les échantillons 4 plis

Les essais ont été réalisés sur le 4 plis entre 5 et 10 Joules. En effet, les résultats obtenus pour des énergies supérieures ne peuvent être correctement exploités, puisqu'une perforation non visible à l'état de post-impact est déjà effective pour une énergie de 10 J, ou s'amorce (selon les essais). Pour augmenter la quantité d'informations relatives au 4 plis, il a été choisi de faire également des essais avec une énergie de 7.5 J. Les courbes force/déflexion caractéristiques obtenues pour chaque énergie testée sont données dans la figure 3.4. Les courbes L4I-10J et L4I-10J-Perfo sont différentes, puisque dans le cas de la première, l'impact n'a conduit qu'à une initiation de la perforation (lorsque la force diminue, la déflexion réaugmente subitement, avant de diminuer), tandis que dans le cas de la seconde, la perforation a été complète (la déflexion continue d'augmenter même quand la force diminue). Un exemple de ces phénomènes est donné dans le Chapitre 1 sur la figure 1.10 (partie b pour L4I-10J et partie c pour L4I-10J-Perfo) [78].

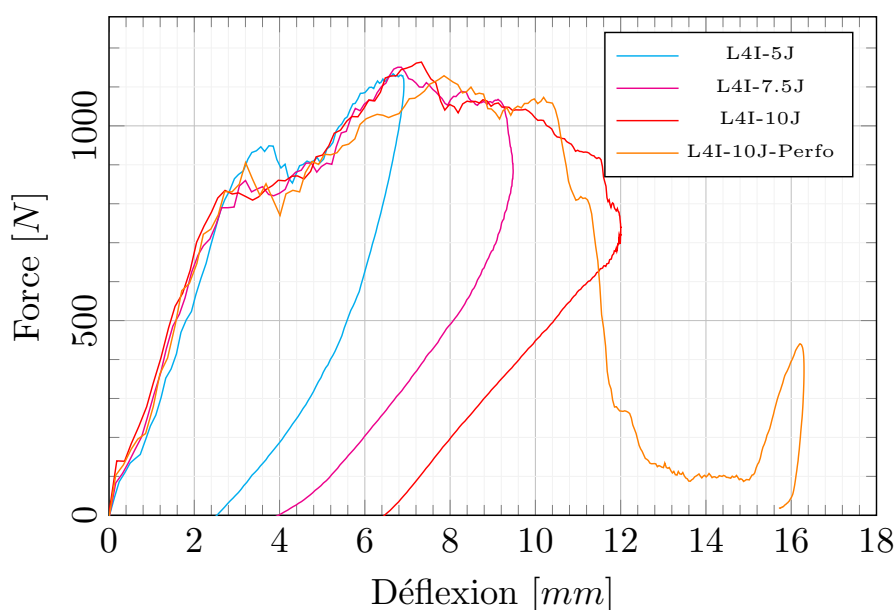


Figure 3.4 – Courbes force/déflexion des échantillons lin/époxy 4 plis L4I

$E_{imp}$ (J)	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
5	$3.37 \pm 0.14$	$1.66 \pm 0.03$	$1117 \pm 44$	$13.60 \pm 0.80$	$6.96 \pm 0.07$	$330.1 \pm 15.0$
7.5	$6.01 \pm 0.19$	$1.80 \pm 0.08$	$1165 \pm 36$	$15.73 \pm 0.20$	$9.48 \pm 0.21$	$356.6 \pm 18.9$
10	8.44	1.93	$1183 \pm 7$	17.93	12.00	$379.6 \pm 55.7$

Tableau 3.1 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/époxy 4 plis (L4I)

A l'aide de cette courbe et des autres informations obtenues lors de l'essai, les paramètres de l'impact tels que l'énergie absorbée, l'énergie renvoyée, la force maximale, la durée, la déflexion maximale et la raideur ont pu être calculés et sont répertoriés dans le tableau 3.1. Chacun des paramètres augmente avec l'énergie d'impact. Dans le cas de la raideur, cette dernière ne varie pas de manière significative. En effet, la moyenne de raideur sur la totalité des essais est de  $355.4 \pm 24.8$  N/mm, soit une variation maximale d'environ 7%. Il est à noter que les écarts-types de certains paramètres des impacts à 10 J n'apparaissent pas. En effet, un seul échantillon testé à 10 J a résisté à l'impact, permettant d'évaluer ces paramètres, tandis que les autres ont été perforés. Lors

de la perforation, sachant que le déplacement mesuré est celui de l'impacteur, la détermination des paramètres tels que les énergies absorbées et renvoyées, la durée de l'impact et la déflexion maximale n'est plus possible.

### 3.3.1.2 Résultats des essais d'impact sur les échantillons 6 plis

Les essais sur les échantillons avec 6 plis (L6I) ont été réalisés avec la même méthodologie que pour le 4 plis. Les énergies d'impact s'étalent de 5 à 20 J en augmentant par incrément de 5 J. A partir de 20 J, le matériau commence à être perforé, comme dans le cas du 4 plis à 10 J. Bien que la limite de perforation visible ait été déterminée à  $22 \pm 1.3$  J pour le 6 plis, sa limite de perforation réelle est un peu plus faible. En effet, dans le cas d'une énergie légèrement plus faible que l'énergie de perforation visible, l'échantillon ne semble pas être complètement perforé post-impact, mais on constate que c'est pourtant bien le cas en analysant les images prises par les caméras au cours de l'impact. La figure 3.5 présente les courbes force/déflexion correspondant aux différentes énergies testées sur le 6 plis. La courbe obtenue pour une énergie de 20 J (L6I-20J) montre le résultat obtenu pour un impact avec une initiation de la perforation, puisqu'on observe une augmentation de la déflexion suivie d'une diminution après que la force d'impact ait diminué.

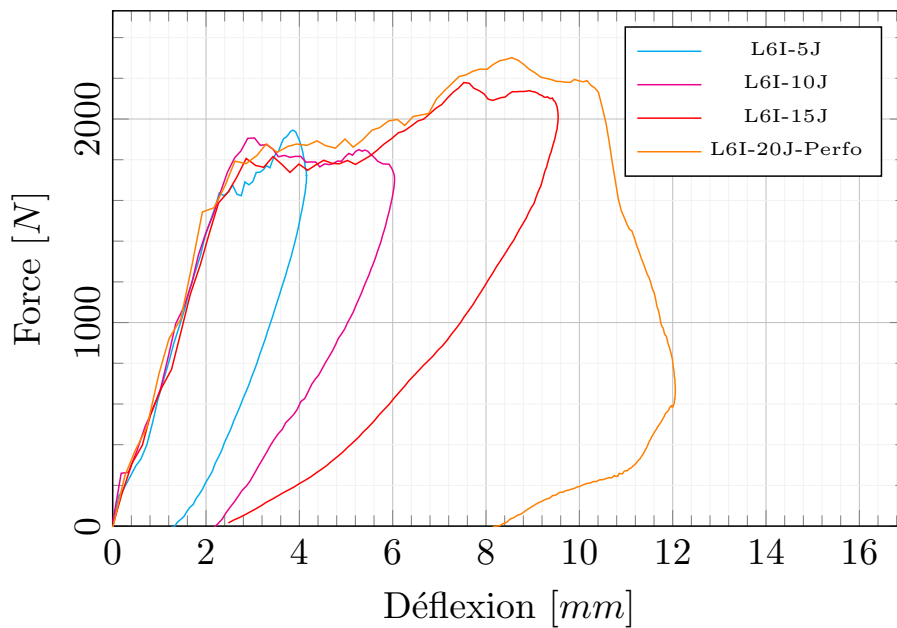


Figure 3.5 – Courbes force/déflexion des échantillons lin/époxy 6 plis L6I

$E_{imp}$ (J)	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
5	$3.08 \pm 0.19$	$1.84 \pm 0.03$	$1909 \pm 104$	$8.00 \pm 0.15$	$4.15 \pm 0.02$	$792.9 \pm 24.8$
10	$5.80 \pm 0.39$	$3.17 \pm 0.77$	$2024 \pm 61$	$9.30 \pm 0.99$	$6.23 \pm 0.27$	$727.6 \pm 16.0$
15	$10.71 \pm 0.51$	$5.05 \pm 0.22$	$2216 \pm 152$	$11.00 \pm 0.22$	$9.55 \pm 0.10$	$717.2 \pm 34.6$
20	19.92	0.87	$2334 \pm 111$	16.26	12.06	$839.8 \pm 104.3$

Tableau 3.2 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/époxy 6 plis (L6I)

Les paramètres de l'impact obtenus sont consignés dans le tableau 3.2. Comme pour le 4 plis,

la raideur dynamique des échantillons reste similaire quelle que soit l'énergie d'impact, avec une valeur de  $769.3 \pm 57.7$  N/mm (soit un écart-type de 7.5%). L'énergie absorbée, ainsi que la durée de l'impact et la déflexion maximale augmentent tandis que l'énergie renvoyée augmente plus lentement avant de chuter à 20 J, en raison de l'initiation de la perforation de l'échantillon. Mis à part les valeurs moyennes des forces maximales et des raideurs, les données concernant l'essai avec une énergie de 20 J ne prennent en considération que le résultat d'un essai, où la perforation reste au stade de l'initiation, tandis que les autres échantillons testés à cette énergie ont été soumis à une perforation complète et les paramètres obtenus dans ce cas-là sont donc difficilement exploitables et analysables puisque la déflexion suivie ne correspond plus au matériau, mais à l'impacteur.

### 3.3.1.3 Résultats des essais d'impact sur les échantillons 8 plis

Enfin, les essais d'impact sur les échantillons 8 plis (L8I) ont été réalisés avec des énergies choisies entre 5 et 30 J avec un écart d'énergie de 5 J entre chaque essai. Les courbes obtenues sont données dans la figure 3.6 et les résultats associés sont indiqués dans le tableau 3.3. Encore une fois, on peut noter que la raideur dynamique reste quasi-constante pour les différentes énergies testées puisque sa valeur moyenne obtenue sur la totalité des essais d'impact réalisés pour différentes énergies est de 1370.0 N/mm avec un écart-type de l'ordre de 14.5%. Les courbes montrent que la force maximale d'impact, de même que la déflexion maximale et la déflexion post-impact tendent à augmenter en fonction de l'énergie d'impact. La durée de l'impact s'allonge également de manière progressive. Enfin, concernant les calculs des énergies absorbées et renvoyées, une tendance en trois phases semble se dégager. En effet, pour les impacts allant de 5 à 25, voire 30 J dans le cas où il n'y a pas perforation complète, l'énergie absorbée semble être proportionnelle avec l'énergie d'impact. En revanche, au-delà de 30 J ou lors d'un impact avec perforation, l'énergie absorbée augmente significativement jusqu'à être égale à l'énergie d'impact et l'énergie renvoyée est donc quasi-nulle. La première phase semble quant à elle correspondre à des énergies où l'impact n'est pas visible sur l'échantillon (énergies inférieures à 5 J) et où la quasi-totalité de l'énergie d'impact est renvoyée par le matériau.

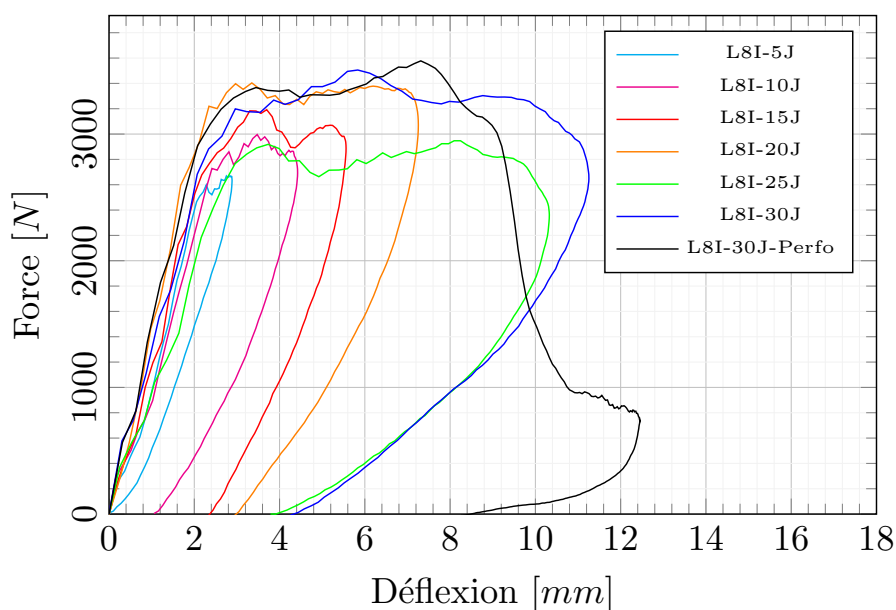


Figure 3.6 – Courbes force/déflexion des échantillons lin/époxy 8 plis L8I

$E_{imp}$ (J)	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
5	$1.53 \pm 0.15$	$2.79 \pm 0.17$	$2809 \pm 89$	$5.53 \pm 0.12$	$2.82 \pm 0.09$	$1438.2 \pm 120.4$
10	$5.84 \pm 0.66$	$3.31 \pm 0.23$	$3354 \pm 131$	$6.17 \pm 0.23$	$4.24 \pm 0.26$	$1320.4 \pm 137.5$
15	$10.18 \pm 0.59$	$3.76 \pm 0.30$	$3542 \pm 168$	$7.00 \pm 0.13$	$5.62 \pm 0.10$	$1445.5 \pm 101.0$
20	$15.04 \pm 0.53$	$4.76 \pm 0.15$	$3559 \pm 422$	$7.93 \pm 0.57$	$7.44 \pm 0.26$	$1645.6 \pm 76.4$
25	$20.43 \pm 0.76$	$5.12 \pm 0.07$	$3271 \pm 321$	$9.40 \pm 0.01$	$10.03 \pm 0.42$	$1044.6 \pm 150.3$
30	25.92	6.75	3647	8.47	11.26	$1326.0 \pm 106.6$

Tableau 3.3 – Résultats des essais d’impact sur les échantillons lin/epoxy 8 plis (L8I)

L’évolution de l’énergie absorbée en fonction de l’énergie d’impact étant *a priori* linéaire, une régression linéaire [86] permet de donner un aperçu de son évolution suivant l’équation 3.1 :

$$E_{abs} = a.E_{imp} - b \quad (3.1)$$

où  $a$  et  $b$  sont des constantes dépendantes du matériau. A noter que  $\frac{b}{a}$  correspond à la valeur de l’énergie d’impact où l’énergie absorbée est nulle, ce qui donne une idée approximative de la valeur seuil d’apparition d’endommagement dans le composite. A partir de la régression linéaire réalisée sur les énergies absorbées entre 5 et 30 J, la valeur supposée du premier endommagement est d’environ 4.0 J, comme indiqué sur la figure 3.7.

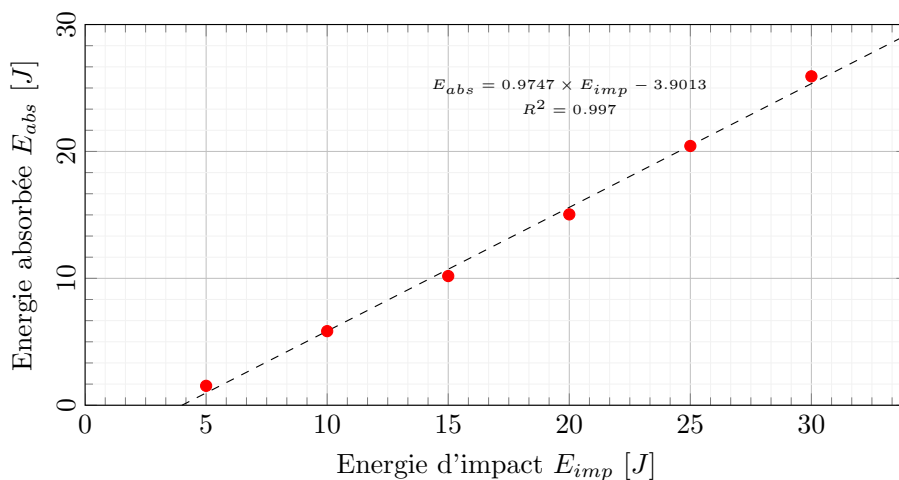


Figure 3.7 – Détermination de la valeur du premier endommagement à partir de l’énergie absorbée en fonction de l’énergie d’impact pour les échantillons L8I

A noter que les résultats des essais d’impact sur les composites lin/époxy 8 plis ont fait l’objet d’un article [210]. Les résultats présentés ici sont cependant légèrement différents. En effet, la méthodologie utilisée pour l’analyse des données de l’impact a été améliorée par la suite. Comme expliqué dans le paragraphe 2.4.2.4, la vitesse de l’impacteur ainsi que son déplacement sont calculés en déterminant manuellement l’instant  $t$  auquel la déflexion de la plaque impactée est maximale. Dans le cas de l’article, cette constante a été déterminée en observant directement les images du composite prises lors de l’impact avec les caméras rapides. Depuis, la précision de cette information a été améliorée en la déterminant à partir des résultats de la stéréo-corrélation d’images plutôt que du traitement brut des images. Les écarts de temps entre les deux instants déterminés avec ces deux méthodes sont faibles (0.2 ms au maximum), mais suffisent à modifier

les résultats obtenus, notamment en termes d'énergies absorbées et renvoyées. Cela modifie ainsi légèrement le résultat obtenu pour l'énergie de premier endommagement, qui passe de 3 J dans l'article à 4 J ici.

### 3.3.1.4 Analyse visuelle post-impact des échantillons

La figure 3.8 montre les photographies post-impact des faces impactées et opposées à l'impact des échantillons lin/époxy 8 plis (L8) impactés. Les faces opposées à l'impact ont un aspect différent de celles des faces impactées en raison de la présence du mouchetis de peinture noir et blanc préalablement déposé sur le matériau afin de pouvoir réaliser l'analyse par stéréo-corrélation d'images.

Sur la surface impactée, un point d'indentation permanent laissé par l'impacteur hémisphérique est observé. Il s'agrandit au fur et à mesure que l'énergie d'impact augmente. La zone endommagée de forme circulaire est causée par l'impacteur, comme cela a été vu dans d'autres travaux [86, 87]. En-dessous de 5 J, l'endommagement n'est pas visible à l'œil nu. A partir d'une énergie de 5 J, l'endommagement commence à apparaître et à être visible bien qu'il reste encore petit. La fissuration du composite n'est pas clairement visible sur cette face.

Sur la face opposée à l'impact, les images mettent en évidence de la fissuration matricielle et la rupture de mèches de lin. Celles-ci deviennent véritablement visibles à l'œil nu autour de 20 J (figure 3.8.d)). Les fissures sont en forme de croix, et sont orientées parallèlement aux fils de chaîne et de trame du tissu. Ce type de motifs où on observe des fissurations matricielles et des ruptures de fibre suivant les fils de chaîne et de trame et formant une croix est typique des matériaux composites tissés [72, 73, 87–89].

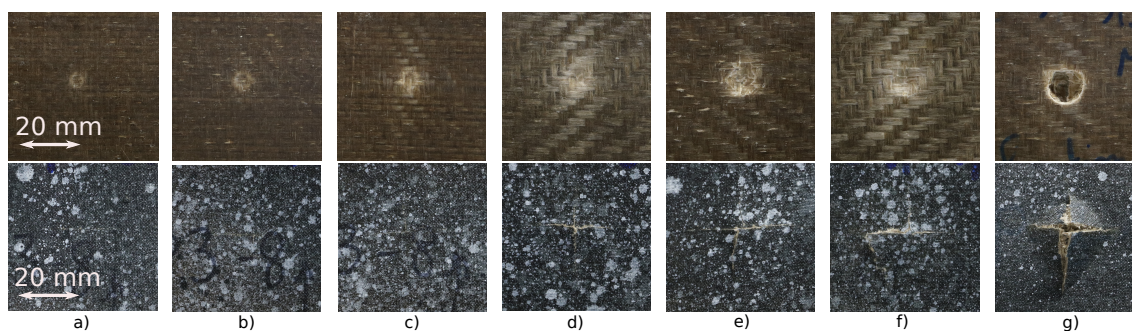


Figure 3.8 – Evolution de l'endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des échantillons lin/époxy 8 plis (L8) testés avec des énergies d'impact de a) 5 J, b) 10 J, c) 15 J, d) 20 J, e) 25 J, f) 30 J et g) 34 J (correspondant à l'énergie de perforation) - Les images des surfaces impactées et opposées à l'impact ont été prises sur les mêmes échantillons mais la présence du mouchetis sur la face opposée à l'impact donne un aspect différent au matériau

### 3.3.1.5 Synthèse des résultats obtenus avec l'analyse standard

Des essais d'impact avec différentes énergies ont été réalisés sur les éprouvettes lin/époxy avec des épaisseurs de 4, 6 et 8 plis. Les paramètres de l'impact ont pu ainsi être déterminés pour chacun des impacts et pour chaque type d'éprouvette. La figure 3.9 montre la superposition des courbes force/déflexion obtenues pour une énergie d'impact de 10 J sur chaque épaisseur. Logiquement, le composite 8 plis est le matériau le plus résistant au regard de l'essai d'impact, suivi du composite

6 plis et enfin du composite 4 plis. On peut observer que la force maximale d'impact du 6 plis est environ 2 fois celle du 4 plis, et celle du 8 plis est environ 3 fois celle du 4 plis. D'autre part, pour la même énergie d'impact, l'énergie absorbée est plus importante pour le 4 plis qui subit un endommagement assez sévère (initiation de la perforation), tandis qu'elle est approximativement la même pour le 6 et 8 plis. Dans le cas d'un essai à 5 J, cette valeur diminue avec l'augmentation du nombre de plis. De plus, l'énergie renvoyée augmente à même énergie si on augmente le nombre de plis. La durée de l'impact diminue aussi en fonction du nombre de plis, de même que la déflexion maximale. Enfin, en termes de raideur dynamique, celle obtenue pour le 8 plis est 2 fois plus importante que celle du 6 plis, qui est elle-même 2 fois plus élevée que celle du 4 plis.

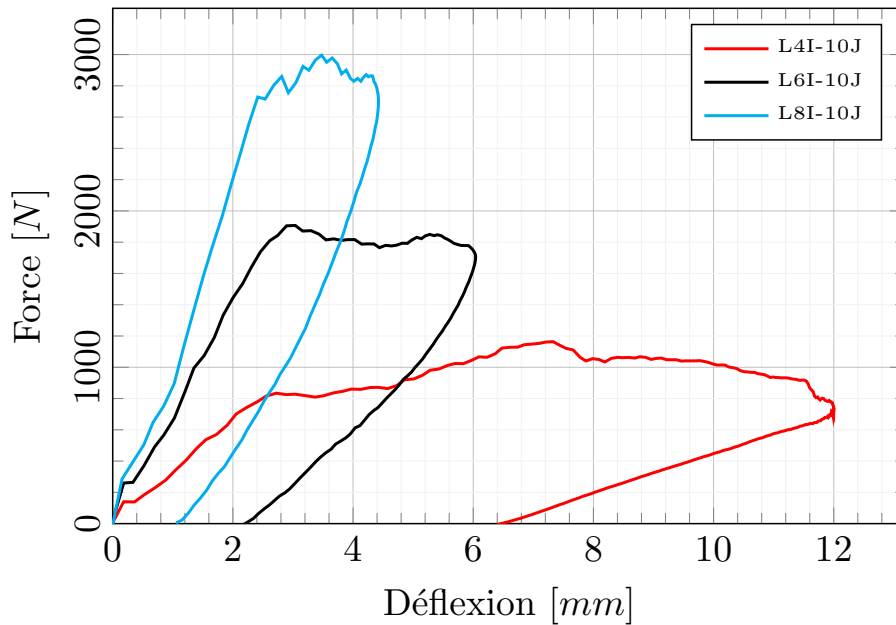


Figure 3.9 – Courbes force/déflexion pour des éprouvettes lin/époxy de 4, 6 et 8 plis impactées avec une énergie de 10 J

Sur les trois courbes de la figure 3.9, une légère non linéarité est observable entre 100 et 300 N. Cela peut correspondre à un premier endommagement apparaissant sur le matériau. En effet, sur les courbes force/déflexion obtenues lors de l'impact, l'apparition d'une non linéarité met généralement en évidence des endommagements, comme c'est le cas pour la force Hertzienne. Cette dernière est définie comme la force à laquelle une première diminution est visible [100, 211]. L'endommagement se développe au travers du délaminage dans la structure du composite, de la fissuration matricielle et d'une indentation à l'endroit où l'impacteur est en contact avec le matériau [212]. Dans le cas de cette étude, la force Hertzienne semble correspondre à l'apparition de l'indentation sur le matériau. En analysant les images prises lors de l'impact (qui seront détaillées dans le paragraphe 3.3.2), la zone linéaire qui suit ce point a l'air de correspondre à la propagation de l'endommagement au travers de l'épaisseur, puisque les fissures apparaissent sur la face inférieure de l'échantillon à la fin de cette zone.

Dans l'étude des résultats des essais sur le composite L8I, nous avons supposé que l'énergie de premier endommagement pouvait être calculé à l'aide des variables  $a$  et  $b$  de l'équation 3.1. Ce travail a été également réalisé sur les échantillons L4I et L6I mais, en raison du faible nombre de points, seule une première approximation de leurs valeurs d'énergie de premier endommagement peut être déterminée. 1.6 J est la valeur estimée pour le 4 plis et  $2.5 \pm 1.0$  J pour le 6 plis. Pour rappel, dans le cas du 8 plis, une valeur de 4.0 J a été calculée. Cela montre que plus le matériau



est épais, et plus l'énergie de premier endommagement augmente.

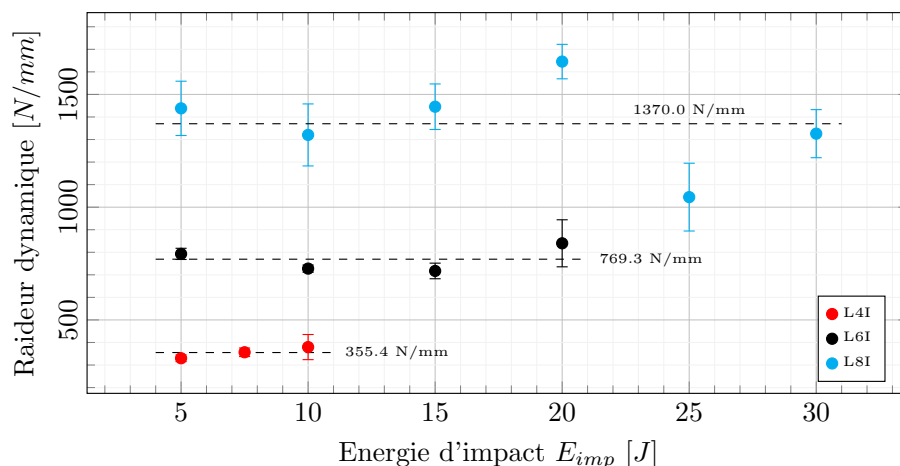


Figure 3.10 – Evolution des raideurs dynamiques des éprouvettes L4I, L6I et L8I en fonction de l'énergie d'impact  $E_{imp}$

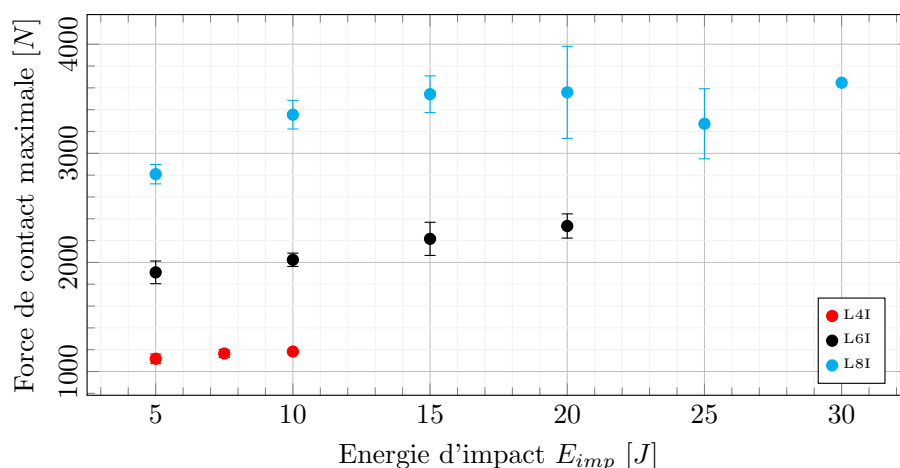


Figure 3.11 – Evolution de la force de contact maximale des éprouvettes L4I, L6I et L8I en fonction de l'énergie d'impact  $E_{imp}$

Dans le cadre des essais d'impact, il peut également être intéressant d'évaluer l'évolution des raideurs ainsi que de la force maximale en fonction de l'énergie d'impact. La figure 3.10 présente les raideurs obtenues pour les échantillons de 4, 6 et 8 plis en fonction des énergies d'impact. Malgré quelques variations, notamment dans le cas des échantillons 8 plis à 20 et 25 J, les raideurs des éprouvettes semblent rester constante pour une épaisseur donnée, quelle que soit la valeur d'énergie d'impact. La valeur de la raideur qui varie peu avec l'énergie d'impact est caractéristique des essais d'impact mécaniques, comme le montrent plusieurs autres études [53, 69, 72, 108].

La figure 3.11 présente quant à elle l'évolution de la force de contact maximale. Dans le cas du 4 plis, elle augmente légèrement, et pour le 6 plis, son augmentation est un peu plus visible. Pour les échantillons de 8 plis, la force maximale augmente également, mis à part pour une énergie de 25 J, où sa valeur est plus basse, ce qui est probablement dû à une valeur de raideur également plus faible que pour les autres énergies. Dans d'autres études sur l'impact, cette augmentation a également été observée en parallèle d'une raideur restant quasi-constante [53, 69, 72, 108, 213].



L'hypothèse émise pour expliquer cela est que lorsque l'énergie d'impact augmente, le matériau stocke plus d'énergie élastique [108].

### 3.3.2 Détection des endommagements causés lors de l'impact à l'aide de l'imagerie rapide

L'imagerie rapide est complémentaire à l'instrumentation, puisqu'elle permet d'obtenir des images en temps réel de la face de l'échantillon opposée à l'impact. L'utilisation de deux caméras rapides permet par ailleurs de faire de la stéréo-corrélation d'images. Au moyen de cette technique, les déplacements et les déformations à la surface de l'échantillon engendrés par l'impact peuvent être calculés. Leur évolution peut être étudiée au cours de l'impact, et les résultats peuvent également être confrontés à ceux des capteurs. Enfin, l'observation des images au cours de l'impact donne la possibilité de mesurer précisément la longueur des fissures lors de la déflexion maximale et donc de mieux estimer l'endommagement du matériau. En effet, les fissures s'ouvrent au cours de l'impact puis se referment avec le rebond de l'impacteur, et les longueurs des fissures observées post-impact ne sont donc pas les mêmes.

#### 3.3.2.1 Identification des phases caractéristiques de l'impact

Les deux caméras rapides peuvent être utilisées non seulement pour faire de la corrélation d'images, mais également pour analyser le comportement de l'échantillon lors de l'impact de manière qualitative. Ainsi, à partir des images enregistrées par les deux caméras, il est possible d'observer l'avancement de l'endommagement au cours du temps pour chacun des essais d'impact, puisqu'une paire d'images de l'échantillon est enregistrée toutes les 0.2 ms (la fréquence d'acquisition des caméras est réglée sur 5000 images/s).

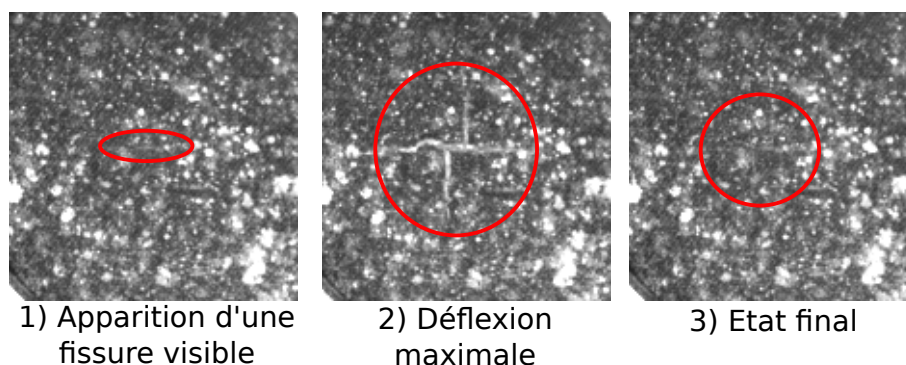


Figure 3.12 – Images correspondant aux instants 1)  $t_1$ , 2)  $t_2$  et 3)  $t_3$  durant un essai d'impact avec une énergie de 15 J sur un échantillon lin/époxy 8 plis (L8I-15J)

Dans le paragraphe 3.3.1, trois instants particuliers  $t_1$ ,  $t_2$  et  $t_3$  ont été mis en évidence et identifiés à partir des courbes d'accélération, vitesse, déflexion et force. A l'aide de l'imagerie rapide, les images correspondant à ces instants peuvent être observées et analysées. La figure 3.12 présente les images correspondant à ces instants. L'instant  $t_1$  indique la première apparition d'une fissure visible sur l'image, l'instant  $t_2$  correspond à la déflexion maximale et l'instant  $t_3$  donne l'état final de l'échantillon lorsque l'impacteur rebondit (c'est-à-dire à la fin du contact entre l'échantillon et l'impacteur). Comme cela peut être observé sur les images, la fissure créée lors de l'impact et observée à déflexion maximale est bien visible à l'instant  $t_2$ , mais elle se referme et est difficilement détectable à l'instant  $t_3$ . De plus, les longueurs des fissures observées à l'état final semblent

être moins importantes qu'à la déflexion maximale. Cela signifie que certains endommagements peuvent rester indétectés au travers d'une inspection visuelle post-mortem alors qu'un impact a pu causer des endommagements à la structure.

Les images présentées dans cette partie sont obtenues sur un essai de 15 J sur un composite lin/epoxy avec 8 plis, mais les mêmes observations sont faites pour les autres énergies (hormis en perforation) et pour les autres épaisseurs.

### 3.3.2.2 Evolution de la longueur des fissures à déflexion maximale

Un script PYTHON a été spécifiquement développé pour mesurer les longueurs de fissures à partir des images enregistrées par les caméras numériques rapides. La technique de corrélation d'images n'était pas utilisée dans ce cadre. Les images ont été analysées et chaque fissure a été mesurée *via* une inspection visuelle. Pour cela, le rapport entre le nombre de pixels dans l'image et ses dimensions (en mm) a été calculé. La longueur des fissures est obtenue à partir d'un relevé de la position des pointes de fissure, c'est-à-dire aux 2 extrémités de la fissure. Afin de permettre une meilleure visibilité des fissures et donc une meilleure détection, un seuillage a été appliqué sur les images en niveaux de gris. L'une des images d'origine et l'image correspondante modifiée sont montrées sur la figure 3.13. A noter que ces images de la face opposée à l'impact de l'échantillon ont été analysées à l'instant  $t_2$ , c'est-à-dire lorsque l'échantillon est à sa déflexion maximale.

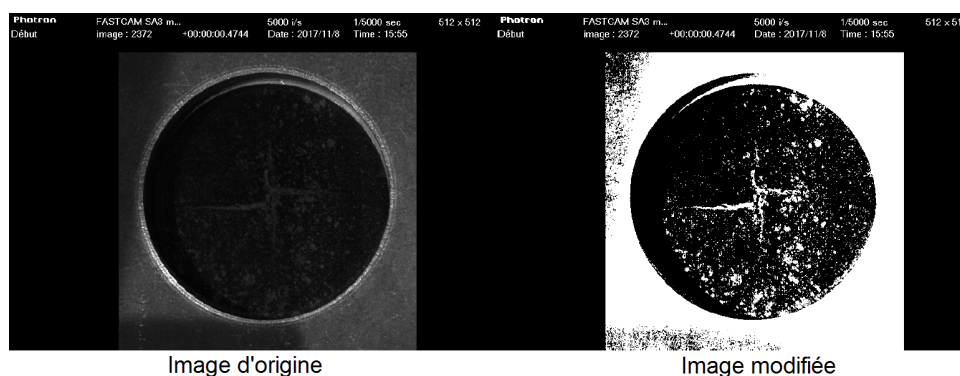


Figure 3.13 – Modification de l'image originale en utilisant un seuil sur les niveaux de gris

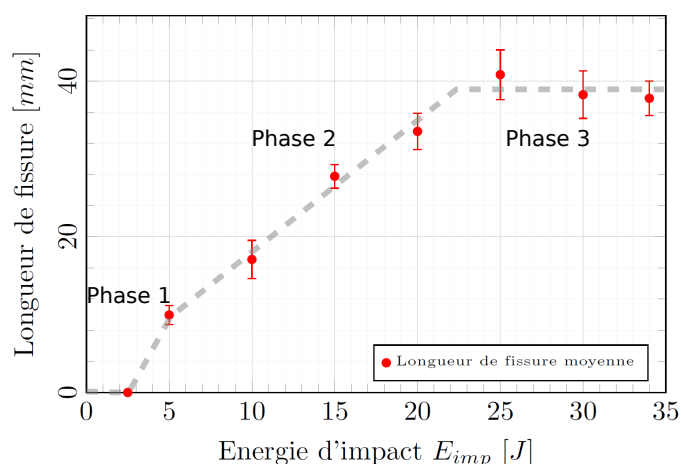


Figure 3.14 – Evolution des longueurs moyennes des fissures à déflexion maximale en fonction de l'énergie d'impact pour des échantillons 8 plis (L8)

L'intérêt de l'utilisation de cette technique est qu'elle permet l'observation de l'ouverture réelle des fissures puisque les mesures sont faites à déflexion maximale, tandis que ce n'est pas le cas lors d'un examen post-mortem réalisé avec des photos des échantillons réalisées post-impact.

Comme expliqué précédemment, les fissures sont en forme de croix et s'orientent suivant deux directions perpendiculaires correspondant aux deux directions des mèches du tissu sergé de sens chaîne et trame. La longueur de fissure indiquée dans les résultats correspond à la moyenne entre la longueur de fissure suivant la chaîne et celle suivant la trame. Ces longueurs ont été moyennées et non additionnées afin d'obtenir un ordre de grandeur du diamètre de la zone fissurée. Les longueurs de fissures calculées sur le 8 plis sont données en fonction de l'énergie d'impact sur la figure 3.14.

Il est intéressant de noter que la longueur de fissure des échantillons L8I-5J est non nulle à déflexion maximale, tandis que la fissuration n'était pas visible sur la photographie post-impact (figure 3.8.a)). A partir de 5 J, l'augmentation de la taille des fissures en fonction de l'énergie d'impact est linéaire jusqu'à une valeur d'énergie d'impact située entre 20 et 25 J. A la fin de cette phase linéaire (phase 2), la longueur des fissures ne croît plus avec l'énergie d'impact et reste constante jusqu'à la perforation de l'échantillon (phase 3).

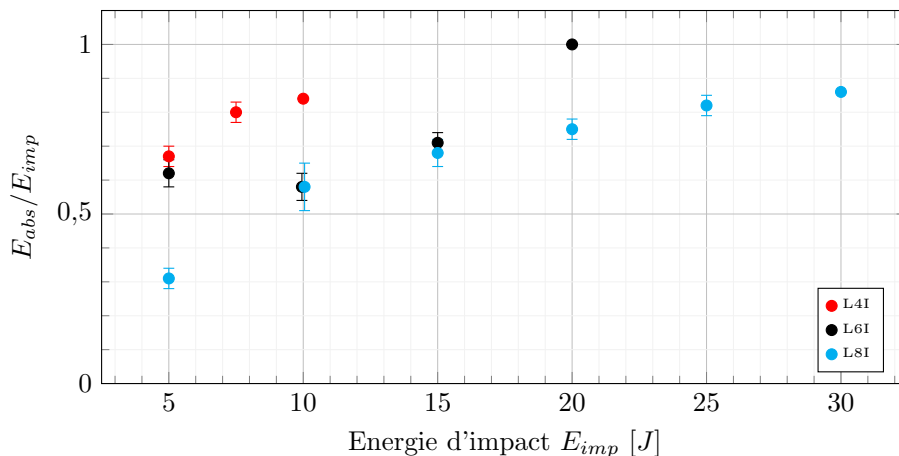


Figure 3.15 – Evolution du rapport  $E_{abs}/E_{imp}$  des éprouvettes L4I, L6I et L8I en fonction de l'énergie d'impact  $E_{imp}$

Dans le but d'estimer qualitativement l'endommagement accumulé par les composites, le rapport entre l'énergie absorbée et l'énergie d'impact ( $E_{abs}/E_{imp}$ ) a été calculé puisqu'il s'agit d'un bon indicateur de l'endommagement [53]. En effet, lors de la perforation de l'échantillon, ce rapport est proche de 1 car l'énergie renvoyée devient nulle et ainsi, l'énergie d'impact imposée est globalement absorbée par l'échantillon. Celui-ci augmente avec l'énergie d'impact, quel que soit le composite (4, 6 ou 8 plis), comme le montre la figure 3.15.

Concernant le cas du composite L8 en particulier, la figure 3.7 a montré que l'énergie absorbée était proportionnelle à l'énergie d'impact. Ainsi, l'évolution linéaire de la longueur de fissure à la déflexion maximale, qui suit celle de l'endommagement, présente une même tendance que celle de l'énergie absorbée jusqu'à des valeurs entre 20 et 25 J (phase 2 de la figure 3.14). Ce n'est plus le cas après 25 J (phase 3), puisque la longueur de fissure ne varie plus alors que le rapport  $E_{abs}/E_{imp}$  continue d'augmenter.

Cela signifie que d'autres mécanismes d'endommagement apparaissent dans le matériau, qui

ne sont pas visibles sur la face opposée à l'impact. En effet, un mécanisme complexe de rupture combinant du délaminage et des fissures transverses doit apparaître dans l'épaisseur du composite. Dans ce type de matériaux, les fissures apparaissent dans un premier temps, puis du délaminage apparaît, causé par la dégradation des interfaces entre les couches. A partir de l'analyse des mécanismes d'endommagement post-mortem de composites à base de fibres de lin unidirectionnelles, Liang et al. [97] ont montré que le développement de l'endommagement avait lieu en premier dans les couches les plus basses (du côté de la face opposée à l'impact) puis se propageaient dans les couches centrales avec l'augmentation de l'énergie d'impact. Cela peut expliquer la stabilisation de la longueur des fissures au-delà d'un certain niveau d'énergie alors que l'énergie d'impact augmente (phase 3).

### 3.3.3 Analyse par stéréo-corrélation d'images de l'impact

Les images obtenues au cours des différents essais d'impact peuvent également être utilisées dans le cadre d'une analyse par stéréo-corrélation d'images. En effet, le mouchetis déposé sur les échantillons préalablement à chaque impact permet de déterminer la position de chaque point de la surface opposée à l'impact de l'échantillon. Cette technique permet d'avoir une analyse fine du comportement du composite au cours de l'essai. La position de chaque point de la surface de l'échantillon peut être connue au cours du temps, et donc au cours de l'impact. En connaissant les coordonnées de chaque point dans l'espace et à chaque instant, les déplacements peuvent donc être calculés, de même que les déformations. La figure 3.16 donne un exemple de surface reconstruite à l'aide de la stéréo-corrélation. Les surfaces reconstruites ont une forme circulaire en raison de la zone d'analyse qui est circulaire. Dans le cas de la figure 3.16.a), l'échantillon n'a pas subi un impact causant un fort endommagement, et il est ainsi possible de recalculer la position de la totalité des points de la surface. Cependant, dans le cas de la figure 3.16.b), des fissures sont apparues sur la surface opposée à l'impact, et les points proches de la zone de fissuration n'ont pas pu être déterminés. Ce deuxième cas sera le plus couramment observé dans cette étude. Malgré ces pertes de données, il est toujours possible d'exploiter les données des points situés autour de la zone de fissuration.

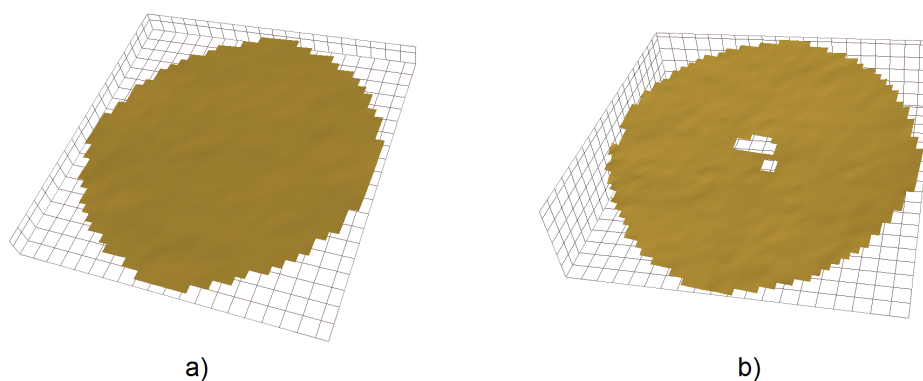


Figure 3.16 – Reconstruction de la surface d'un échantillon au cours d'un impact a) sans fissuration de la face opposée à l'impact et b) avec fissuration

La figure 3.17 représente une carte des vecteurs de déplacement de la face opposée à l'impact d'un échantillon L8 impacté avec une énergie de 5 J lorsque la déflexion est maximale. Cette cartographie peut s'obtenir à n'importe quel instant  $t$  à partir du moment où les images ont été acquises par les caméras. Dans le cas de cette étude, la fréquence d'acquisition des images est fixée à 5000 images/s, ce qui permet de visualiser l'évolution de la surface toutes les 0.2 ms. Dans le cas de cet essai d'impact, l'énergie est assez faible et endommage peu le composite 8 plis, et

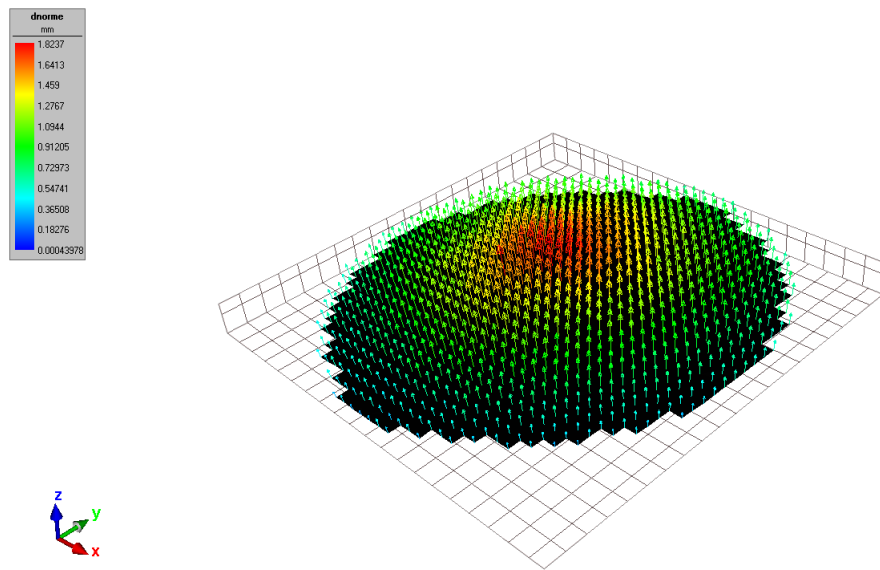


Figure 3.17 – Vecteurs de déplacement à déflexion maximale pour un composite L8I-5J (la direction est schématisée par les flèches et la norme par les niveaux de couleur)

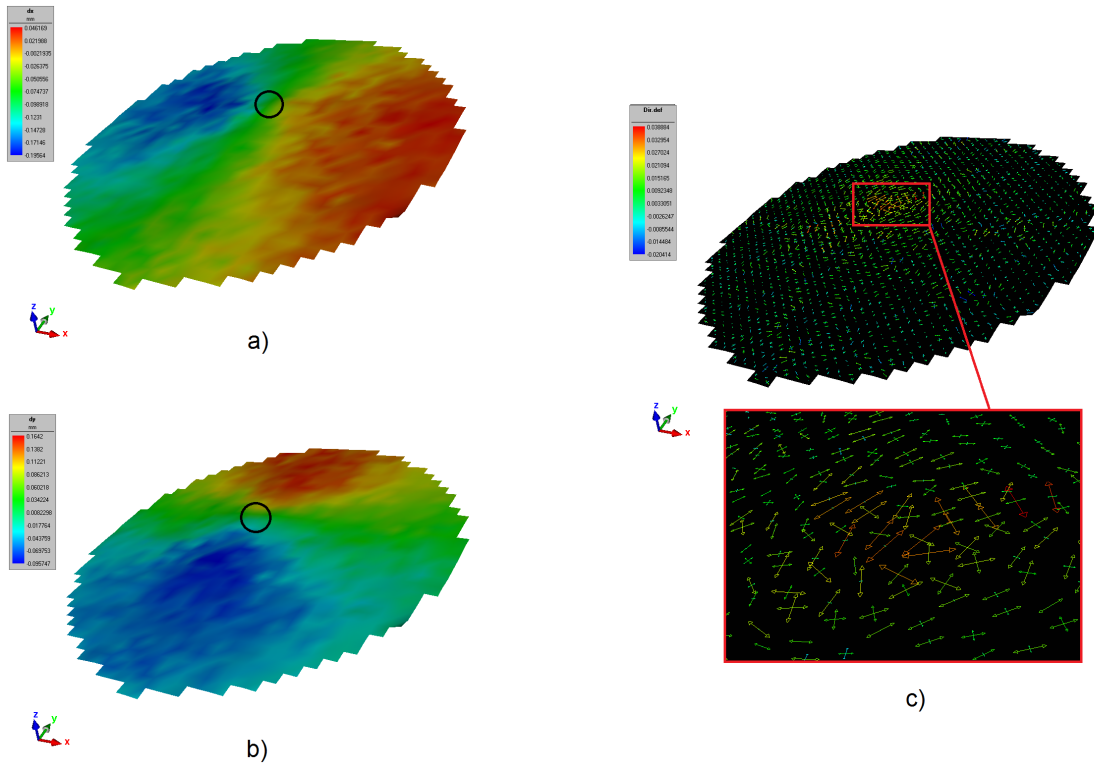


Figure 3.18 – Représentation a) des déplacements plans  $dx$  et b)  $dy$  ainsi que c) des directions des déplacements plans à déflexion maximale pour un composite L8I-5J

par conséquent, il est possible d'obtenir les informations en tous les points de la surface. La zone d'impact est bien visible au centre et matérialisée par les vecteurs tracés en rouge correspondant aux déplacements les plus élevés.

La figure 3.18 montre quant à elle les déplacements plans selon les directions  $x$  et  $y$  (figures 3.18.a) et 3.18.b)) ainsi que les directions des déplacements plans (figure 3.18.c) avec un zoom sur la zone placée sous l'impacteur) obtenus également à déflexion maximale pour l'essai sur un échantillon L8 avec une énergie de 5 J. La zone directement placée sous l'impacteur est matérialisée par les cercles noirs sur les figures 3.18.a) et 3.18.b). A l'aide de ces données, il semble que le comportement du matériau soit similaire dans la direction  $x$  et dans la direction  $y$ , ce qui sera également observé par la suite sur les autres essais d'impact.

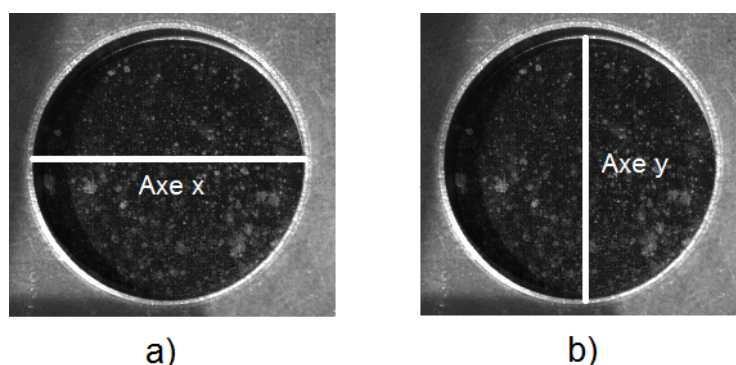


Figure 3.19 – Zones analysées pour réaliser les profils de déplacement suivant la position sur les axes a)  $x$  et b)  $y$  qui correspondent respectivement aux directions chaîne et trame du composite

Une telle analyse fournit une multitude d'informations locales qu'il est nécessaire de post-traiter pour présenter des résultats plus simplifiés. C'est pourquoi, dans le cadre de ce travail, nous avons décidé de les restreindre afin de les utiliser de manière plus simplifiée. Par la suite, on ne considérera donc que les profils de déplacement suivant la direction de l'impact  $z$  en suivant les axes  $x$  et  $y$  passant par le centre de l'éprouvette, comme illustré dans la figure 3.19.

En guise de perspectives, ces mesures de champs pourraient servir à l'identification de paramètres matériaux de modèles de comportement en utilisant par exemple les techniques de recalage de modèles éléments finis par méthode inverse développées au laboratoire SYMME [214].

### 3.3.3.1 Etude des différents types d'impact à l'aide de l'analyse standard, la stéréo-corrélation d'images et l'imagerie rapide

Dans le paragraphe 3.3.1 concernant l'analyse standard de l'impact des échantillons, plusieurs types d'impact ont été mis en évidence. Le premier correspond à un impact sans perforation. Le second correspond à un impact où la perforation est amorcée mais incomplète (l'impacteur ne traverse pas complètement l'échantillon). Enfin, le troisième type d'impact correspond à une perforation complète du matériau. Ces trois comportements interviennent dans les essais réalisés sur le 4 plis. A l'aide des images enregistrées au cours du temps et de la stéréo-corrélation d'images, il est possible d'obtenir plus d'informations sur ce qu'il se passe au cours de ces impacts et sur les phénomènes mis en œuvre. En associant les images de l'essai et les points correspondant sur la courbe force/déflexion, l'impact peut être mieux compris. Ce type d'approche a déjà été utilisé par Puech et al. [139] (voir paragraphe 1.5), mais dans cette étude, d'autres informations sont rajoutées grâce à la stéréo-corrélation. Le comportement des matériaux n'est pas toujours facilement visible à l'aide des photographies, et le fait de pouvoir tracer les profils de déplacement des échantillons



à différents instants de l'impact permet de mieux l'appréhender.

L'impact sans perforation est étudié dans un premier temps. La figure 3.20 montre le comportement du matériau lors d'un impact sur un échantillon lin/époxy de 4 plis avec une énergie d'impact de 5 J. La figure 3.20.a) correspond à la courbe force/déflexion obtenue lors de l'analyse standard avec différents instants identifiés. L'instant  $t_1$  correspond ainsi au début de l'impact, l'instant  $t_2$  se situe à-peu-près au milieu de la zone où la force augmente linéairement en fonction de la déflexion, et l'instant  $t_3$  correspond à la fin de cette linéarité. L'instant  $t_4$  correspond quant à lui au moment où la force est proche de son maximum, l'instant  $t_5$  correspond à la déflexion maximale, et enfin, l'instant  $t_6$  indique la fin de l'impact et ainsi le rebond (lorsque la force redevient nulle). Les figures 3.20.b) et c) présentent respectivement les profils de déflexion en suivant l'axe horizontal  $x$  et l'axe vertical  $y$ , comme définis dans la figure 3.19, obtenus à ces différents instants. Les points manquants au centre des courbes correspondent à la zone qui n'a pas pu être analysée par corrélation d'images en raison de la fissuration. Enfin, la figure 3.21 présente les photos de l'échantillon L4I-5J prises aux instants  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ ,  $t_4$ ,  $t_5$  et  $t_6$  de l'impact.

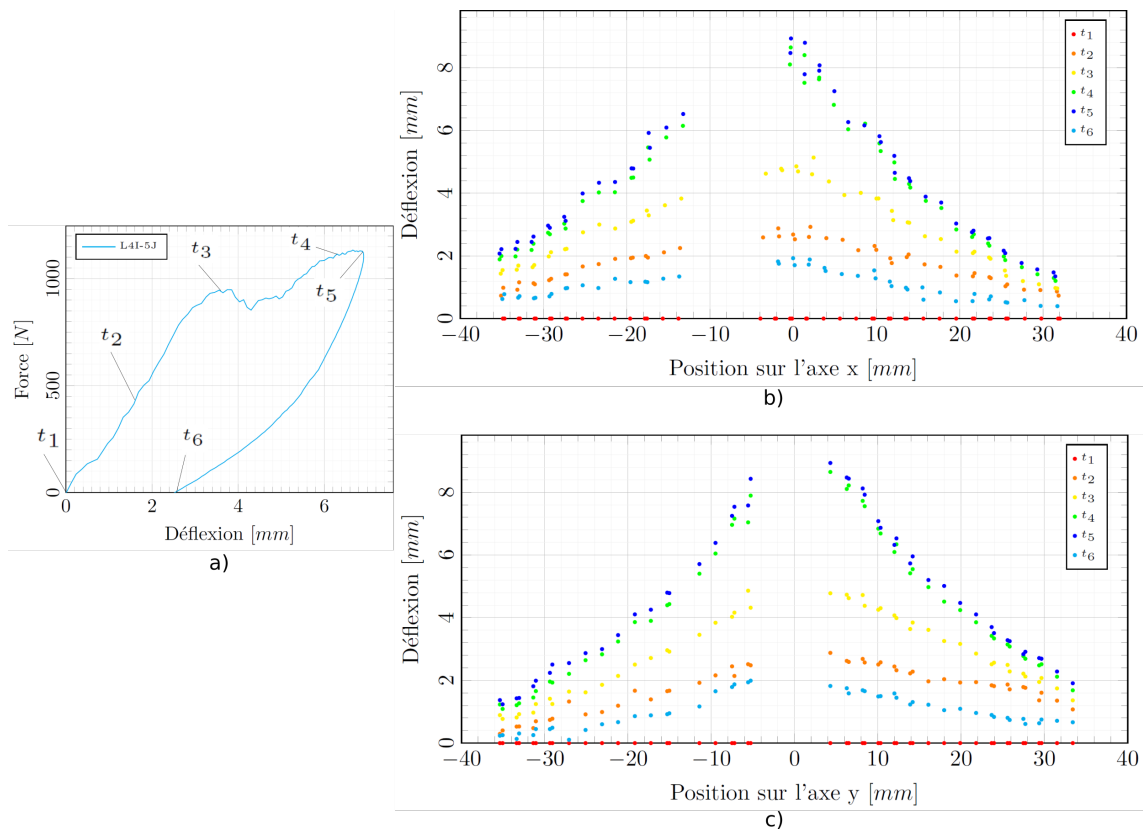


Figure 3.20 – Evolution de la surface d'un échantillon lin/époxy 4 plis testé à 5 J (L4I-5J) - impact sans perforation

A l'aide de l'observation des photos prises aux différents instants, il est possible d'observer le comportement des matériaux lors de l'impact de manière plus fine. A l'instant  $t_1$ , l'impacteur touche l'échantillon. L'instant  $t_2$  montre un mouvement de l'échantillon mais il n'y a pas encore de fissuration. Une fissure apparaît seulement à l'instant  $t_3$  (entourée en rouge), qui marque la fin de la zone linéaire de la courbe force/déflexion. Il semble que cette zone corresponde à une déformation élastique de l'échantillon sans (ou avec un faible) endommagement sur la face opposée à l'impact, ce qui est également évoqué par Puech et al. [139]. Entre les instants  $t_3$  et  $t_4$  les fissures se propagent et suivent deux directions (en forme de croix) et la force maximale est atteinte à l'ins-

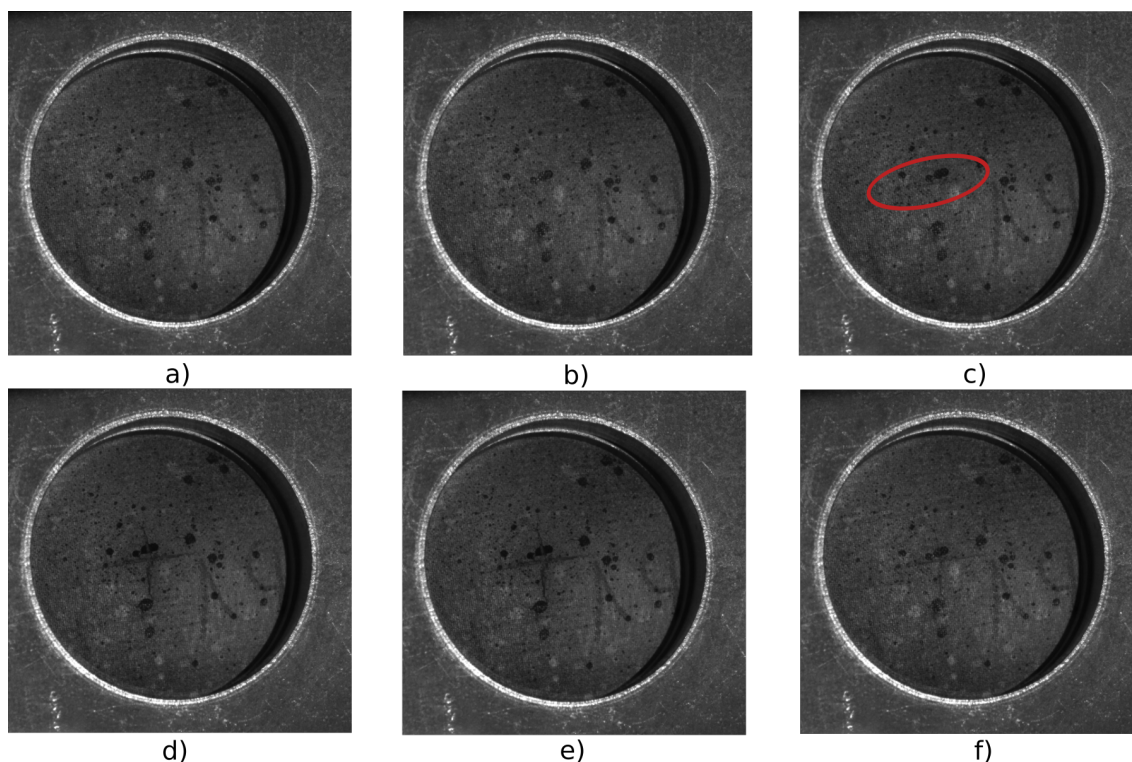


Figure 3.21 – Images de la face opposée à l'impact aux temps a)  $t_1$ , b)  $t_2$ , c)  $t_3$ , d)  $t_4$ , e)  $t_5$  et f)  $t_6$  pour l'essai réalisé sur un échantillon lin/époxy 4 plis avec une énergie de 5 J (LAI-5J) - impact sans perforation

tant  $t_4$ , où elles arrêtent de croître. La déflexion maximale est atteinte à l'instant  $t_5$ , très proche de l'instant  $t_4$  et la photo est similaire. L'impacteur s'arrête à cet instant et est repoussé par le retour élastique de l'échantillon, jusqu'à ce qu'il ne touche plus le matériau, ce qui correspond à l'instant  $t_6$ .

En associant les profils de déflexion obtenus à ces différents instants aux observations précédentes, plusieurs informations peuvent être rajoutées. La première analyse qui peut être faite de ces courbes est qu'elles semblent similaires, qu'elles suivent l'axe  $x$  ou l'axe  $y$ , montrant qu'il n'y a pas de direction privilégiée. A  $t_1$  la surface est parfaitement plane, puis elle commence à se déformer en fléchissant, comme cela peut être vu avec les profils aux instants  $t_2$  et  $t_3$ , qui ont chacun deux demi-pentes quasi-linéaires. Les instants  $t_4$  et  $t_5$  sont assez proches et donnent des profils assez proches l'un de l'autre. Une dégradation plus importante a eu lieu entre  $t_3$  et  $t_5$ , et bien que le début des demi-pentes présente également une linéarité, lorsque l'on se rapproche du centre et donc de la zone d'impact, les demi-pentes augmentent. Cela signifie que le matériau commence à s'ouvrir au centre, en suivant les fissures en forme de croix. Cela forme une zone en forme de pyramide. Enfin, l'impacteur, ne disposant pas de suffisamment d'énergie pour perforer le matériau est repoussé par le retour élastique de la plaque, et l'état de surface de la plaque est indiqué par les profils à l'instant  $t_6$ . Il reste une déflexion résiduelle causée par l'apparition des fissures et les délaminages internes.

Dans un second temps, l'impact avec amorce de perforation est analysé. La figure 3.22 montre le comportement du matériau lors d'un impact sur un échantillon lin/époxy de 4 plis avec une énergie d'impact de 10 J. La figure 3.22.a) correspond à la courbe force/déflexion obtenue lors de l'analyse standard avec différents instants identifiés, de la même manière que pour l'analyse précédente. Les instants  $t_1$ ,  $t_2$  et  $t_3$  correspondent aux mêmes instants caractéristiques que dans



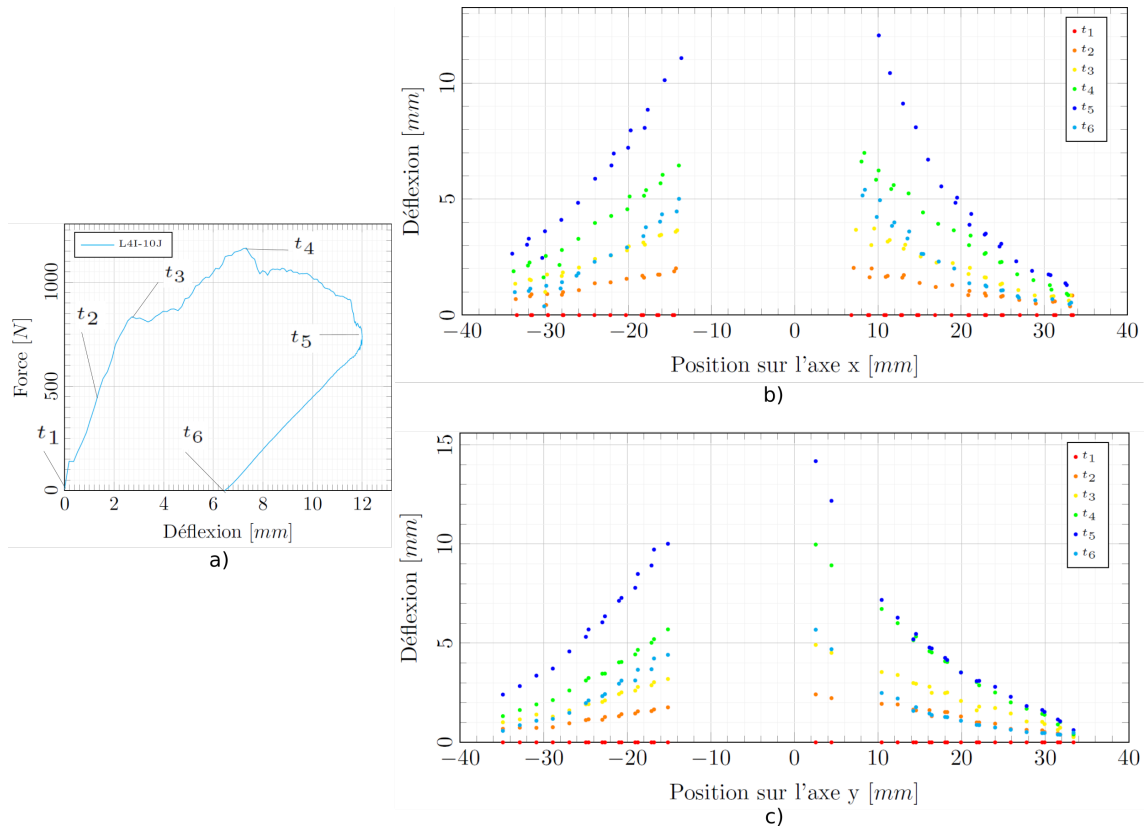


Figure 3.22 – Evolution de la surface d'un échantillon lin/époxy 4 plis testé à 10 J (L4I-10J) - impact avec amorce de perforation

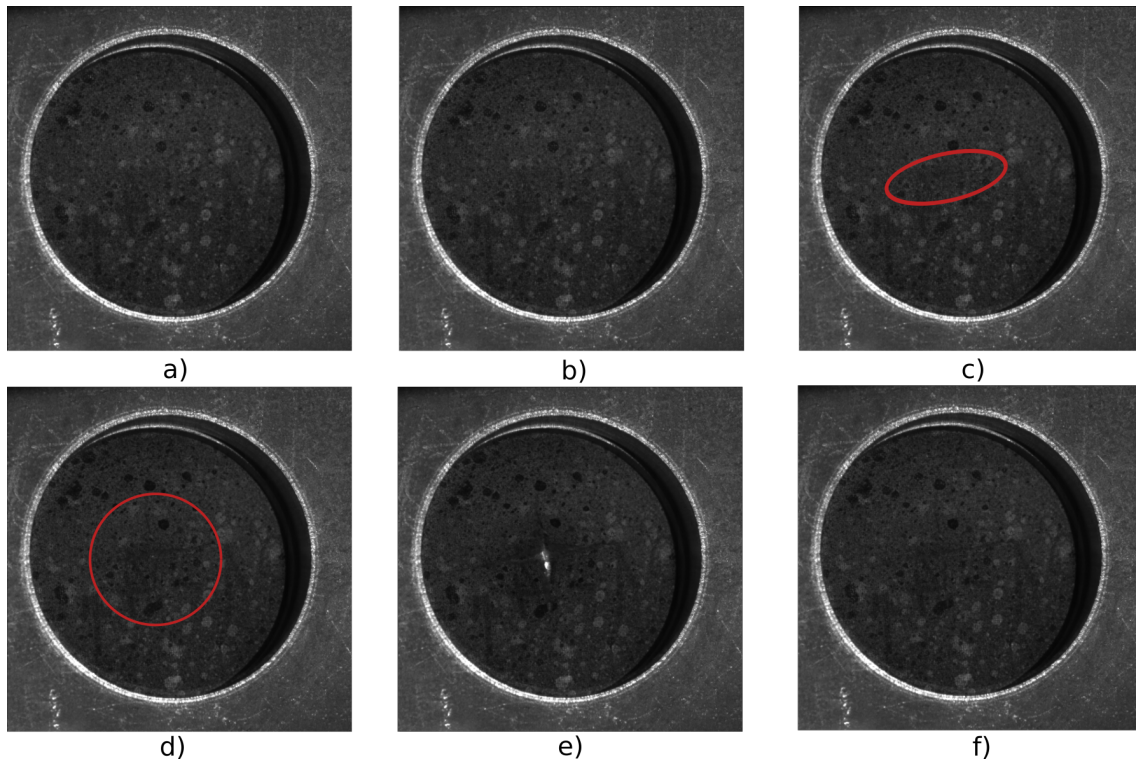


Figure 3.23 – Images de la face opposée à l'impact aux temps a)  $t_1$ , b)  $t_2$ , c)  $t_3$ , d)  $t_4$ , e)  $t_5$  et f)  $t_6$  pour l'essai réalisé sur un échantillon lin/époxy 4 plis avec une énergie de 10 J (L4I-10J) - impact avec amorce de perforation

le cas de l'analyse de l'impact sans perforation. L'instant  $t_4$  correspond au moment où la force est maximale et l'instant  $t_5$  correspond à la déflexion maximale. Ces points sont plus éloignés que dans le cas où il n'y a pas perforation car le matériau perd de la résistance mais l'impacteur conserve suffisamment d'énergie pour continuer à pénétrer dans le matériau et ainsi augmenter la déflexion. Enfin, l'instant  $t_6$  indique la fin de l'impact et le rebond. Les figures 3.22.b) et c) présentent respectivement les profils de déflexion en suivant l'axe horizontal  $x$  et l'axe vertical  $y$ , comme définis dans la figure 3.19, obtenus à ces différents instants. Pour terminer, la figure 3.23 présente les photos de l'échantillon L4I-10J prises aux instants  $t_1, t_2, t_3, t_4, t_5$  et  $t_6$  de l'impact.

D'après l'étude des différentes figures (3.22 et 3.19), la première partie de cet impact semble se dérouler de la même manière que pour l'impact sans perforation. Cependant, à partir de l'instant  $t_4$  (que ce soit pour l'impact sans perforation ou l'impact avec amorce de perforation), le comportement se modifie. La force maximale diminue légèrement, devient constante pendant un petit moment puis rediminue légèrement tandis que la déflexion continue d'augmenter, jusqu'à ce qu'elle soit maximale, ce qui correspond à l'instant  $t_5$ . Ainsi, les profils correspondant aux instants  $t_4$  et  $t_5$  ne sont plus superposés, comme c'était le cas pour le premier type d'impact. A  $t_5$ , la déflexion augmente encore, et la plaque s'incurve encore plus au centre. Sur la photographie 3.23.e), l'amorce de perforation est bien visible, puisque la plaque présente une ouverture au travers de laquelle la tête hémisphérique de l'impacteur est visible. Néanmoins, la plaque endommagée continue encore d'opposer une résistance à l'impacteur puisque l'ouverture n'a pas encore un diamètre suffisant et finit par le renvoyer en arrière grâce au retour élastique, jusqu'au rebond, matérialisé par l'instant  $t_6$ . Sur la figure 3.23.f), l'ouverture n'est plus visible et s'est refermée partiellement. Les profils obtenus à  $t_6$  montrent une diminution de la déflexion, mais la face inférieure reste toutefois déformée et conserve une forme pyramidale, avec une déflexion au centre supérieure à 5 mm.

Enfin, le tout dernier type d'impact est un impact avec perforation complète. Ce cas a été observé au cours de l'étude de l'échantillon L4I-10J-Perfo. La figure 3.24 présente la courbe force/déflexion ainsi que les profils associés. La figure 3.25 montre les photos prises à différents instants de cet impact. Pour cet impact, 8 instants particuliers ont été étudiés. Jusqu'à  $t_4$ , les instants sont les mêmes que pour les deux autres types d'impact.  $t_5$  correspond à un pic de force apparaissant après le pic de force maximale et précédant une diminution nette de la force.  $t_6$  correspond à un instant où la force ne diminue plus pendant une période brève, avant de continuer à nouveau à diminuer tandis que la déflexion augmente toujours, jusqu'à  $t_7$ . Cet instant marque une stabilisation de la force. Cette dernière réaugmente ensuite pour atteindre un nouveau pic à  $t_8$  puis rediminue jusqu'à être nulle.

Encore une fois, les instants précédant le moment  $t_4$  indiquent des comportements similaires à ceux observés pour les impacts sans perforation et avec amorce de perforation. A  $t_5$ , l'impacteur commence à être visible sur les photos (figure 3.25.e)) et la déflexion de la face inférieure de l'échantillon est proche de sa déflexion maximale, comme cela peut être observé sur les profils. La force diminue ensuite légèrement pour arriver à l'instant  $t_6$ . Cette zone correspond à la partie où la déflexion atteint son maximum dans le cas de l'impact avec amorce de perforation. Cependant, dans le cas de la perforation complète, l'impacteur a encore suffisamment d'énergie et continue de traverser le matériau, qui perd sa résistance. Entre  $t_6$  et  $t_7$ , un retour élastique des bords de l'éprouvette est observé, et seule la déflexion de la zone centrale augmente tandis que l'impacteur continue de traverser le matériau. Cela s'explique par le fait que les parties de la plaque un peu éloignées de la zone d'impact arrêtent d'être poussées par l'impacteur. La zone centrale, cependant, reste en contact avec l'impacteur qui pousse les bords endommagés vers l'extérieur, augmentant ainsi la déflexion au centre. Ce phénomène met également en évidence les ruptures matricielles et de fibres dans l'épaisseur du matériau autour de la zone d'impact avec un change-

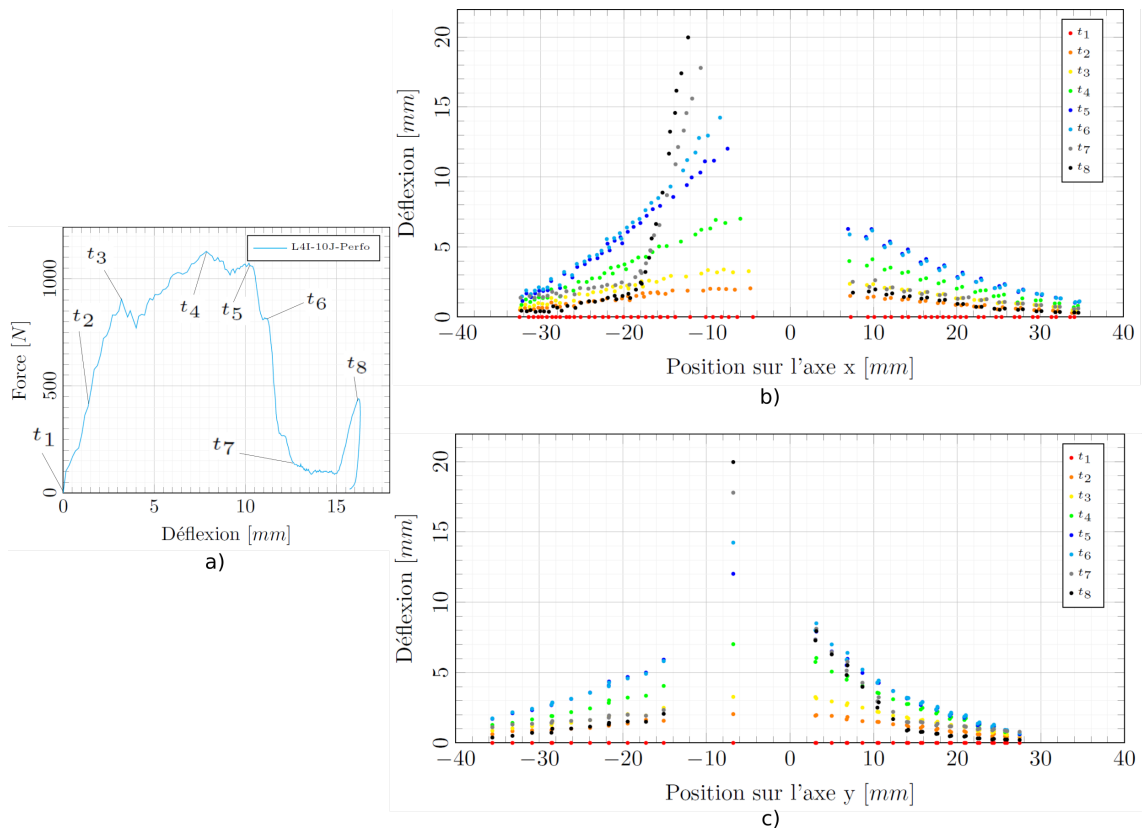


Figure 3.24 – Evolution de la surface d'un échantillon lin/époxy 4 plis testé à 10 J avec perforation (LAI-10J-Perfo) - impact avec perforation complète

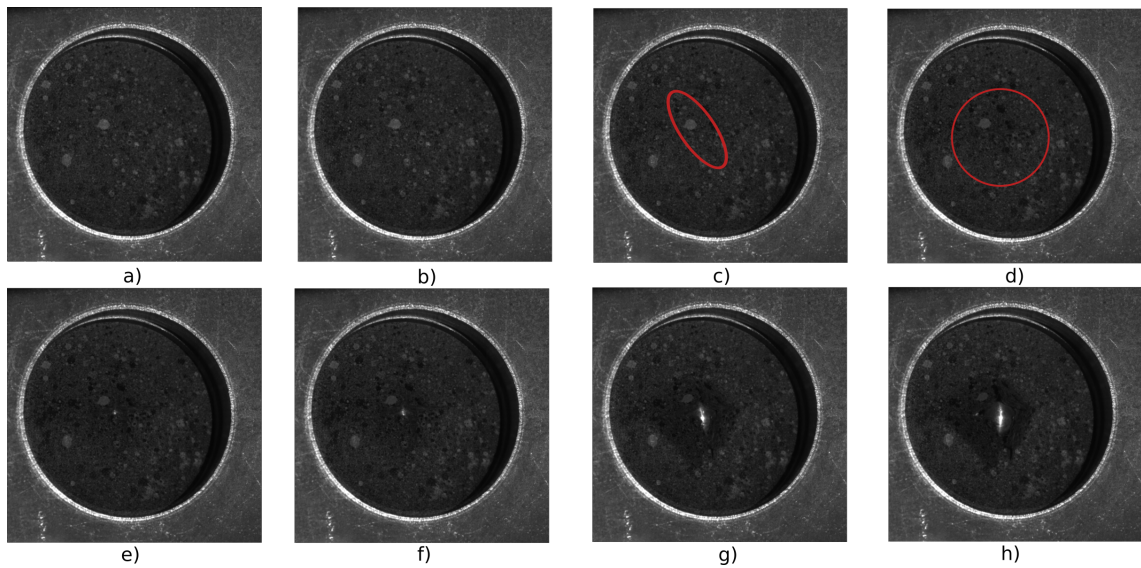


Figure 3.25 – Images de la face opposée à l'impact aux temps a) t<sub>1</sub>, b) t<sub>2</sub>, c) t<sub>3</sub>, d) t<sub>4</sub>, e) t<sub>5</sub>, f) t<sub>6</sub>, g) t<sub>7</sub> et h) t<sub>8</sub> pour l'essai réalisé sur un échantillon lin/époxy 4 plis avec une énergie de 10 J avec perforation (LAI-10J-Perfo) - impact avec perforation complète

ment brutal de la pente de la déflexion (bien visible pour  $x=-18$  mm ou  $y=14$  mm sur les profils). Enfin, l'augmentation de la force observée à la fin (autour de l'instant  $t_8$ ) est causée par la création d'un contact entre la partie supérieure de l'impacteur, plus large que l'impacteur, avec la plaque, bloquant ainsi la pénétration de l'impacteur dans le matériau.

L'étude des différents types d'impact a mis en évidence des comportements différents des matériaux à partir du moment où la force maximale d'impact  $F_{max}$  est atteinte. Par la suite, pour comparer les profils des différents essais, ceux-ci seront uniquement tracés à déflexion maximale.

### 3.3.3.2 Analyse par stéréo-corrélation d'images sur l'impact des échantillons 4 plis

La comparaison des différents profils de déplacement à déflexion maximale en fonction de l'énergie d'impact est réalisée dans un premier temps avec les échantillons L4I. Les figures 3.26 et 3.27 représentent les profils de déflexion de l'axe horizontal  $x$  et de l'axe vertical  $y$  respectivement, passant par le centre de l'échantillon (zone de l'impact), pour les différentes énergies d'impact testées, c'est-à-dire 5 J, 7.5 J et 10 J (cas avec amorce de perforation et cas avec perforation complète).

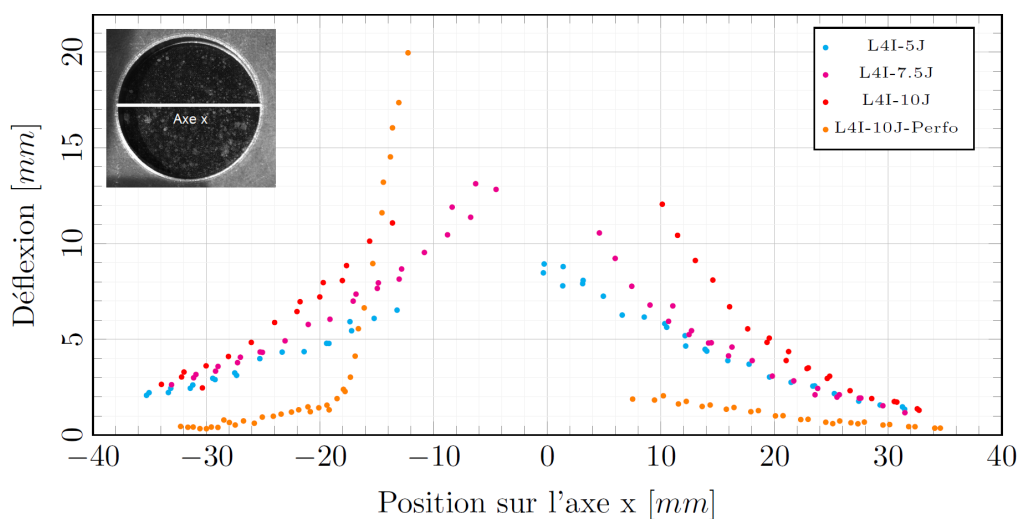


Figure 3.26 – Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe horizontal  $x$  en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L4

Au travers de ces courbes, on constate que plus l'énergie d'impact augmente, et plus la déflexion est importante, en particulier au niveau du centre de l'éprouvette. Néanmoins, lorsque l'impacteur traverse complètement l'échantillon, comme c'est le cas de L4I-10J-Perfo, la déflexion sur les bords est moins importante que celle des autres éprouvettes au même endroit. Comme cela a été expliqué précédemment lors de l'étude plus approfondie de cet impact, il y a eu un retour élastique des zones situées au bord en raison de l'endommagement causé par l'impacteur dans la plaque. Le centre subit toutefois une déflexion plus importante car il continue d'être poussé par l'impacteur.

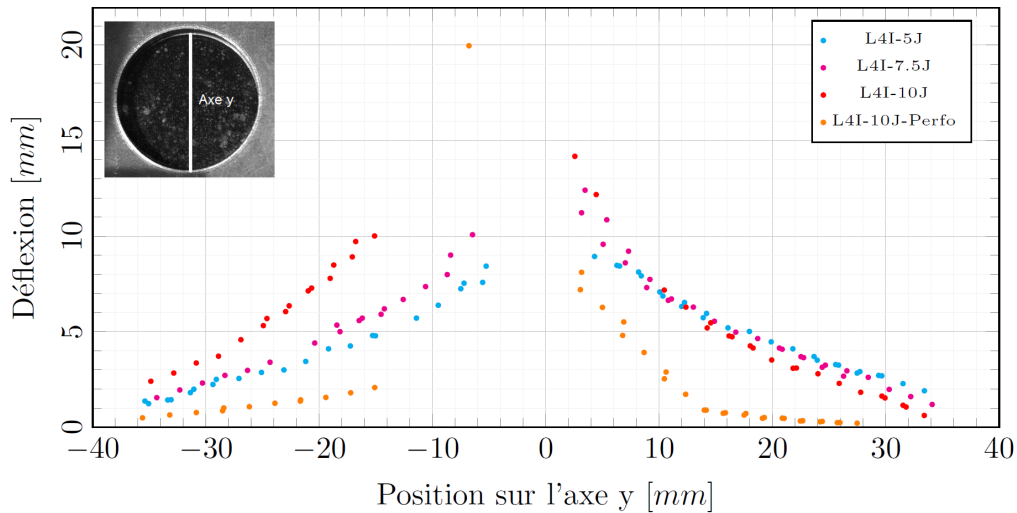


Figure 3.27 – Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe vertical y en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L4

### 3.3.3.3 Analyse par stéréo-corrélation d'images sur l'impact des échantillons 6 plis

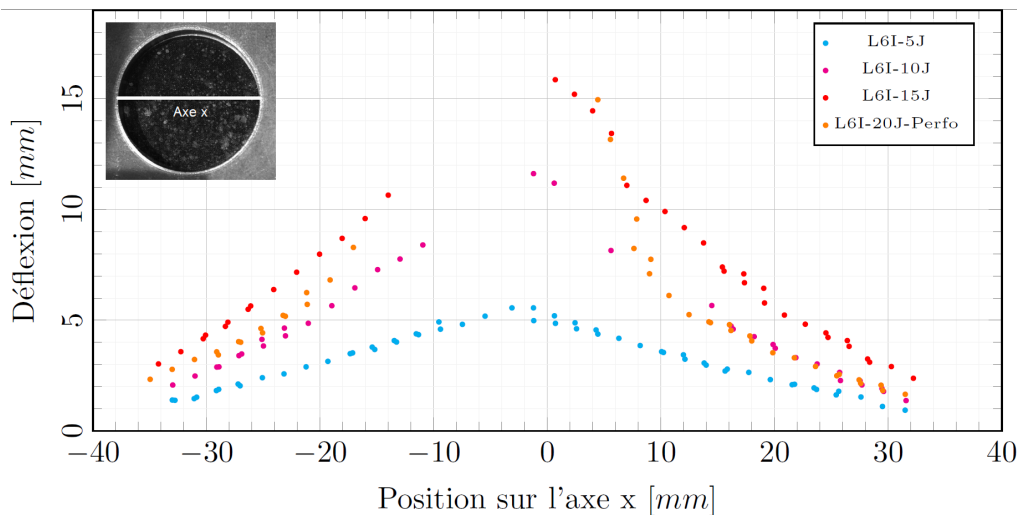


Figure 3.28 – Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe horizontal x en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L6

De même que pour les essais réalisés sur le 4 plis, les images obtenues pour les essais des échantillons L6 ont également été étudiées à l'aide de la technique de stéréo-corrélation d'images. Les résultats obtenus sont tracés sur les figures 3.28 et 3.29. Dans le cadre de ces essais, des observations similaires à celles déjà réalisées pour le 4 plis peuvent être faites. En effet, plus l'énergie d'impact augmente, et plus la déflexion des différents points de l'éprouvette augmente, jusqu'à ce que l'énergie de perforation soit atteinte. Dans ce cas, la déflexion obtenue sur les bords est moins importante que pour l'impact à 15 J, et est à-peu-près équivalente à celle de l'impact à 10 J. Pour la zone du milieu, la déflexion de la plaque perforée reste la plus importante. Comme pour L4, l'impacteur finit par traverser complètement l'échantillon et le reste de la plaque subit un retour élastique tandis que la déflexion de la zone centrale augmente, étant poussée et fortement endommagée par l'impacteur. Cependant, la plaque de 6 plis conserve toutefois une certaine résistance lors de l'impact puisque son déplacement sur les bords reste tout de même significatif, ce qui



n'était pas le cas pour le 4 plis. Cela peut s'expliquer par une épaisseur plus importante.

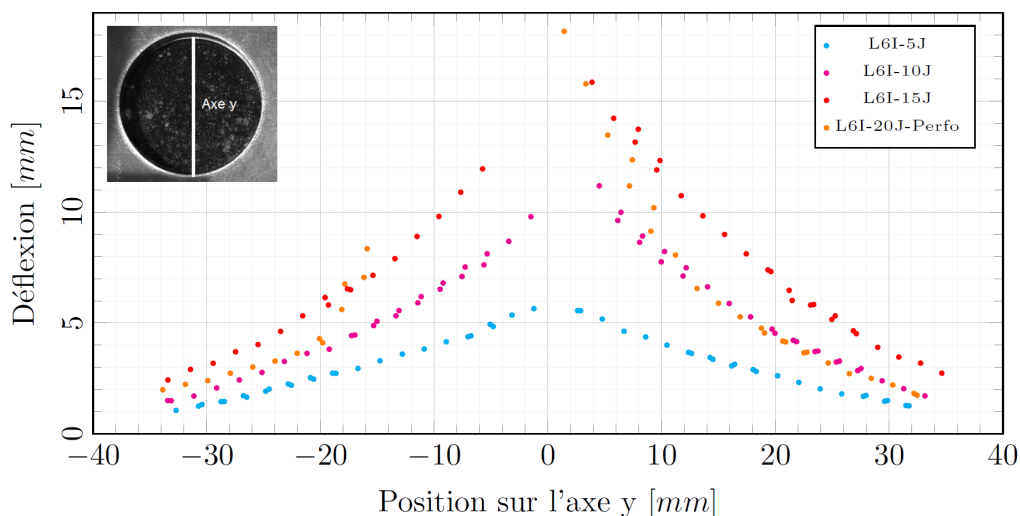


Figure 3.29 – Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe vertical en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L6

### 3.3.3.4 Analyse par stéréo-corrélation d'images sur l'impact des échantillons 8 plis

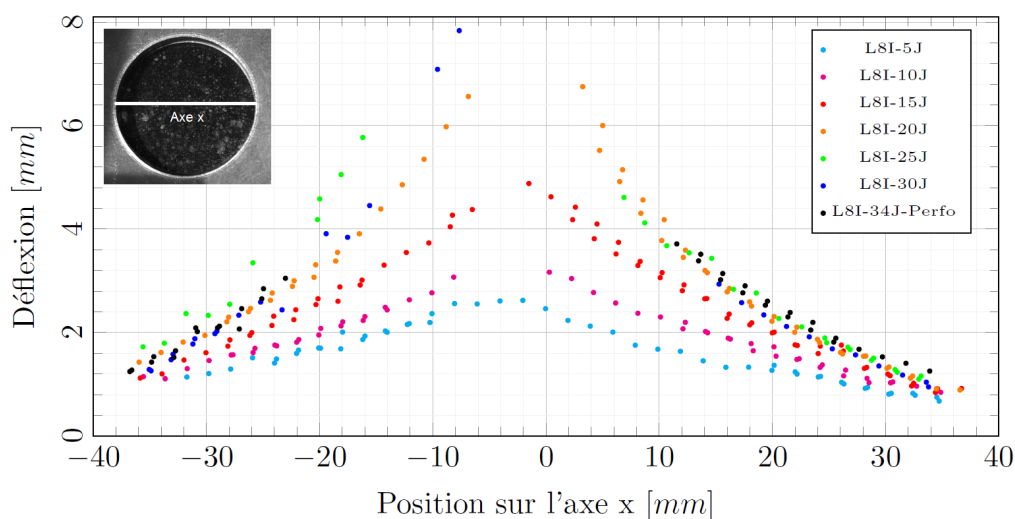


Figure 3.30 – Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe horizontal en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L8

Dans ce dernier cas, les résultats des essais réalisés sur les échantillons L8 ont été analysés. Les figures 3.30 et 3.31 présentent les résultats des analyses par stéréo-corrélation. Les valeurs de déflexion sur les côtés de l'impact augmentent avec l'énergie d'impact. Cependant, à partir d'une énergie de 25 J, les valeurs de déflexion convergent et les différences entre les essais à 25, 30 et 34 J ne sont visibles que dans la zone du milieu, c'est-à-dire sous l'impacteur. Contrairement aux résultats de L4 et L6, la déflexion sur les bords de l'éprouvette perforée (L8I-34J) ne semble pas diminuer par rapport aux autres énergies d'impact, mais reste au niveau des valeurs obtenues pour des énergies de 25 et 30 J. L'impacteur doit traverser une épaisseur plus importante et également plusieurs couches de fibres pour perforer le matériau, ce qui explique que le reste de la plaque

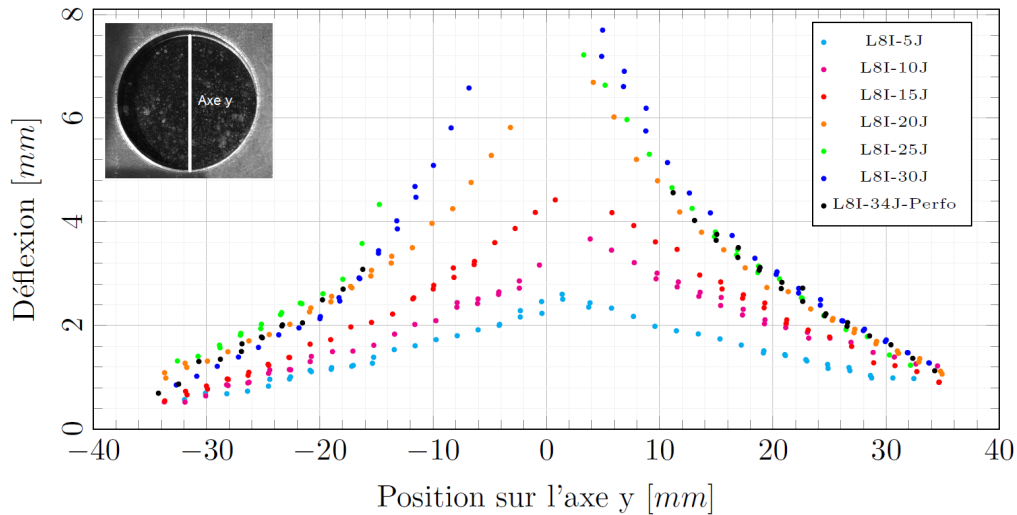


Figure 3.31 – Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe vertical en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L8

continue également de fléchir au cours de la perforation et qu'il n'y ait pas de retour élastique des zones extérieures.

### 3.3.4 Impact sur des composites verre/epoxy sains

A titre de comparaison, des essais ont également été réalisés sur les échantillons verre/epoxy. Ces derniers ont été soumis au scénario 1, c'est-à-dire à un impact sur des échantillons sains. Les échantillons testés avaient également trois épaisseurs différentes, et ils ont tous été testés avec une énergie d'impact de 10 J. La résine appliquée sur ces échantillons est la même que celle utilisée pour les composites à renforts de lin, mais la fraction volumique de fibres est plus élevée dans le cas des fibres de verre. En effet, les plaques fabriquées avec le même procédé que pour le lin donnent une fraction volumique de  $57.1 \pm 0.5\%$ , soit presque le double de la fraction volumique des fibres de lin.

La figure 3.32 présente les courbes force/déflexion moyennes obtenues lors des essais réalisés sur les échantillons de 4, 6 et 8 plis à une énergie d'impact de 10 J. Les courbes des essais d'impact sur les éprouvettes en lin/époxy sont également données à titre de comparaison. Les paramètres calculés au cours de ces impacts sont donnés dans le tableau 3.4. Les composites à fibre de verre ont une quantité de fibres plus importante que les composites à fibre de lin testés. Malgré cette différence, cela ne leur confère pas d'avantage dans le cas des essais d'impact si on compare les résultats. En effet, à même nombre de plis, les plaques de verre sont deux fois plus légères que les plaques de lin et leur épaisseur est également moins importante (environ 3 fois moins épaisse pour le même nombre de plis).

Les plaques de verre ayant une épaisseur de 4 plis subissent une perforation complète, comme on peut le voir sur la figure 3.32. Les plaques de 6 plis subissent quant à elles une initiation de perforation, tandis qu'il faut passer à 8 plis pour éviter cette initiation pour un impact de 10 J. L'évolution des forces maximales d'impact en fonction du nombre de plis est linéaire (avec une pente de 316), mais avec une pente moins élevée que pour l'évolution des forces des composites lin/époxy (pente de 543). A noter qu'à partir de 7 plis, on peut considérer que la force maximale des composites lin/époxy devient supérieure à celle des composites verre/époxy. Concernant les raideurs, on constate en observant les courbes obtenues avec les verre/époxy qu'il n'y a pas de



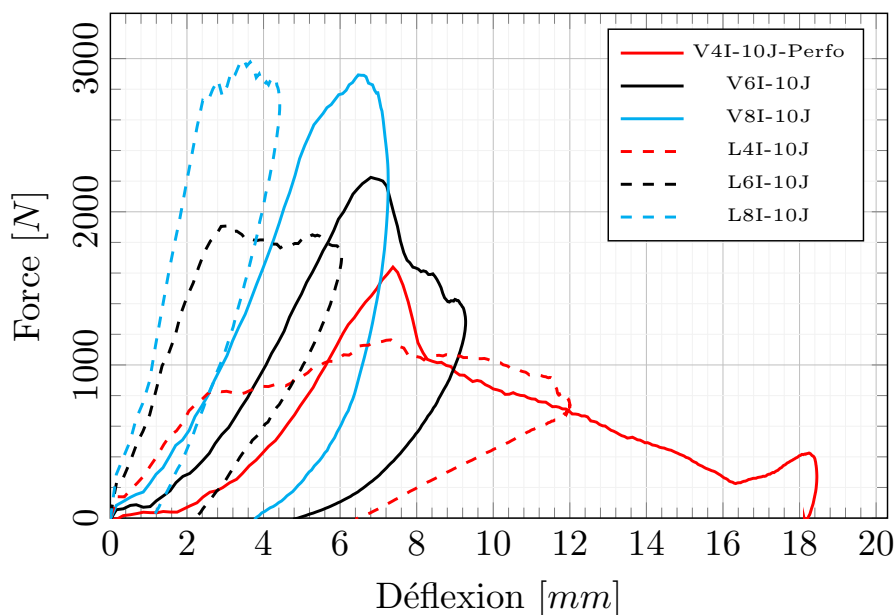


Figure 3.32 – Courbes force/déflexion des échantillons verre/époxy avec des épaisseurs de 4 (V4I), 6 (V6I) et 8 (V8I) plis impactés avec une énergie de 10 J, comparées aux courbes obtenues pour les échantillons lin/époxy (L4I, L6I et L8I)

linéarité au départ pendant un long moment, puis la courbe apparaît un peu plus linéaire pendant une assez courte durée avant d'atteindre la force maximale. La forme de ces courbes est par conséquent un peu différente de celles obtenues pour le lin, ce qui peut être le signe d'un comportement un peu différent. La mesure de la raideur est réalisée ici en considérant uniquement la partie linéaire qui apparaît par exemple pour le 8 plis à partir d'une déflexion de 2 mm.

Type d'éprouvette	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
V4I-10J	$10.48 \pm 0.86$	$0.17 \pm 0.21$	$1663 \pm 47$	$21.26 \pm 2.27$	$17.06 \pm 1.98$	$369.5 \pm 49.5$
V6I-10J	$9.02 \pm 0.31$	$1.44 \pm 0.18$	$2348 \pm 78$	$12.40 \pm 0.11$	$9.16 \pm 0.20$	$453.7 \pm 51.9$
V8I-10J	$8.84 \pm 0.16$	$1.93 \pm 0.13$	$2931 \pm 45$	$9.23 \pm 0.12$	$7.34 \pm 0.07$	$587.5 \pm 52.6$

Tableau 3.4 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons verre/époxy de 4 (V4I), 6 (V6I) et 8 (V8I) plis pour une énergie de 10 J

Les raideurs obtenues pour les composites à fibres de verre sont moins importantes que celles des fibres de lin, ce qui est probablement dû à l'épaisseur du matériau. Les composites verre/époxy absorbent également plus d'énergie, et en renvoient moins au cours de l'impact, et les valeurs de déflexion maximale sont plus élevées, tandis que l'impact dure également plus longtemps.

Si on souhaite faire une comparaison des deux types de matériaux à masse équivalente, il faut considérer les échantillons de lin/époxy avec 4 plis (qui ont une masse d'environ 50 g), et les échantillons de verre/époxy avec 8 plis (qui ont une masse d'environ 52 g). Les épaisseurs de ces deux matériaux sont également plus proches, avec une épaisseur de 3.10 mm en moyenne pour les échantillons lin/époxy et une épaisseur de 2.03 mm pour les échantillons verre/époxy. Pour ces deux matériaux, les énergies absorbées et renvoyées sont très similaires, mais la force maximale de contact de l'échantillon L4I-10J est plus de deux fois plus faible de celle de l'échantillon V8I-10J,

sa déflexion est plus importante, et il a une raideur inférieure de 35%. La quantité en masse de fibres est deux fois plus importante dans l'échantillon verre/époxy mais le composite lin/époxy est tout de même capable de le concurrencer sur certains aspects. Il est par conséquent raisonnable de penser que le composite lin/époxy peut avoir un comportement similaire voire meilleur à l'impact qu'un composite verre/époxy ayant le même taux volumique de fibres.

La figure 3.33 présente les photographies post-impact des échantillons des composites verre/époxy de 4, 6 et 8 plis (V4I-10J, V6I-10J et V8I-10J). La perforation est bien visible pour le composite V4I-10J. Sur la face opposée à l'impact, la fissuration se fait de la même manière que dans le cas des composites à base de fibres de lin. Cependant, sur la face impactée, l'aspect est un peu différent. La marque blanche de l'impacteur est bien visible, et également des zones sur les côtés, généralement observables dans le cas de l'impact de composites à base de renforts tissés de fibres de verre [70]. Les fibres de verre et la matrice étant transparentes, il est possible de voir le délaminage au travers du matériau. Les zones entourant l'indentation sur la face impactées correspondent à ce délaminage. Il n'est pas visible sur les faces des plaques des composites lin/époxy en raison de la présence des fibres de lin non transparentes.

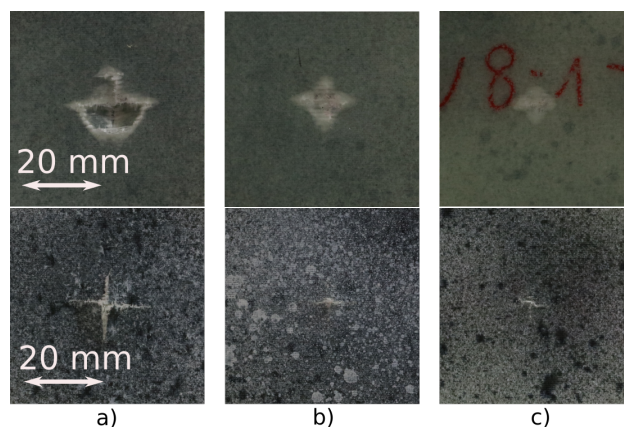


Figure 3.33 – Endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des éprouvettes verre/époxy de 4, 6 et 8 plis impactées avec une énergie de 10 J : a) V4I-10J, b) V6I-10J et c) V8I-10J

## 3.4 Impact sur des matériaux vieilliss

### 3.4.1 Vieillissement par immersion dans l'eau (scénario 3)

Dans le cadre des scénarios, certains échantillons ont été vieilliss par immersion dans l'eau, conformément au protocole présenté au paragraphe 2.5.1 du chapitre 2. Les 3 épaisseurs ont été testées puis soumises à un impact d'une énergie de 10 J. La répétabilité a été vérifiée en soumettant à chaque fois entre 3 et 4 échantillons de chaque type à l'impact. A titre de rappel, les échantillons vieilliss sont notés "L(nombre de plis)H(nombre de mois d'immersion)I(énergie d'impact)", comme expliqué dans l'annexe A. Seuls les échantillons ayant été vieilliss dans l'eau pendant 9 mois ont été testés à l'impact. Les résultats obtenus à l'aide de l'analyse standard pour les différentes épaisseurs sont donnés dans les paragraphes suivants.

### 3.4.1.1 Résultats associés aux échantillons 4 plis

Les résultats obtenus sur les échantillons de 4 plis vieillissés dans l'eau et impactés avec une énergie de 10 J sont indiqués dans le tableau 3.5 et les courbes des essais sont tracées sur la figure 3.34. Comme on peut l'observer, les résultats semblent avoir une bonne répétabilité, mis à part pour l'énergie renvoyée où l'écart-type reste assez important (de l'ordre de 20%). On peut noter l'apparition d'une non-linéarité au début de la courbe bien plus marquée que celle observée sur les plaques non vieillissés. En sachant que cette non-linéarité correspond à l'apparition d'un endommagement dans le matériau, il est possible que ce phénomène soit dû à la modification des propriétés du matériau causées par le vieillissement hydrique. Comme cela a été expliqué dans le chapitre 2, le vieillissement hydrique a pour conséquence un gonflement des fibres, et l'interface fibre/matrice se dégrade.

Les paramètres d'impact indiqués dans le tableau 3.5 ont augmenté ou sont restés assez similaires à ceux obtenus en impact sur échantillons sains (scénario 1). Ainsi, l'énergie absorbée par le matériau augmente très légèrement, au détriment de l'énergie renvoyée qui diminue. La force maximale a également augmenté légèrement, tandis que les durées d'impact et les déflexions maximales sont similaires. Quant à la raideur, elle a diminué de 40%, en passant de 380 N/mm à 225 N/mm, montrant que le vieillissement hydrique dégrade les propriétés du matériau. Cette dernière a été déterminée en conservant la partie de la pente où la non-linéarité est présente, le résultat de la régression linéaire réalisée avec ou sans cette zone variant peu. Il en sera de même par la suite pour la détermination de la raideur dynamique pour les autres composites lin/époxy vieillissés dans l'eau ou naturellement.

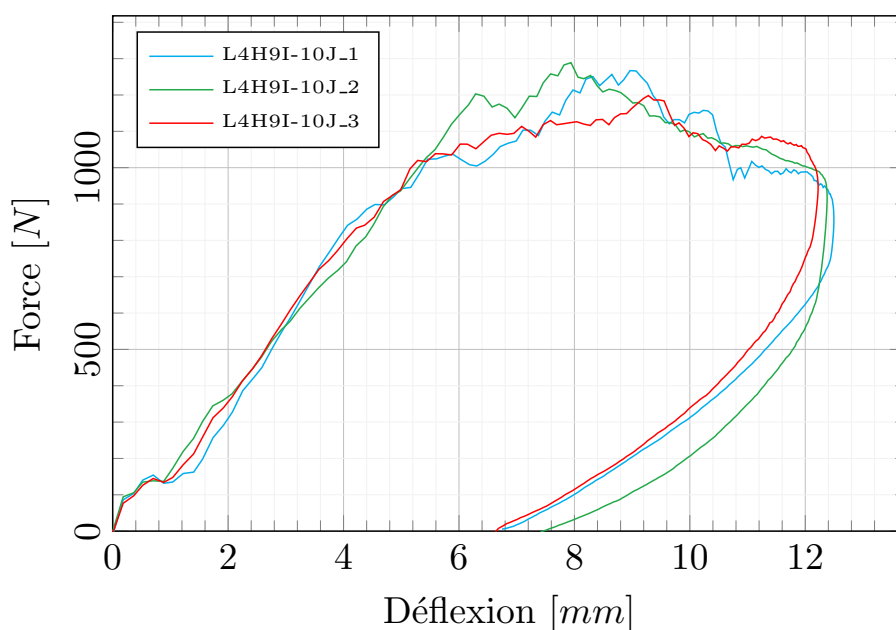


Figure 3.34 – Courbes force/déflexion des échantillons 4 plis vieillissés dans l'eau pendant 290 jours et impactés avec une énergie de 10 J (L4H9I-10J)

Dans le cadre de ces essais, il est à noter que le type d'impact observé pour la totalité des essais réalisés correspond à un impact avec amorce de perforation. C'est visible sur les courbes en observant la zone où la déflexion maximale est atteinte, et également à l'aide des images des échantillons prises au cours de l'impact.

Type d'éprouvette	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
L4I-10J	8.44	1.93	$1183 \pm 7$	17.93	12.00	$379.6 \pm 55.7$
L4H9I-10J	$8.91 \pm 0.46$	$1.55 \pm 0.30$	$1312 \pm 64$	$17.21 \pm 0.31$	$12.37 \pm 0.14$	$224.5 \pm 33.6$

Tableau 3.5 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 4 plis non vieillis (L4I-10J) et après immersion dans l'eau pendant 290 jours pour une énergie de 10 J (L4H9I-10J)

### 3.4.1.2 Résultats associés aux échantillons 6 plis

Dans le cas des échantillons L6H9I-10J, les résultats montrent également une répétabilité acceptable, comme en attestent les courbes données dans la figure 3.35 et les résultats du tableau 3.6. Une première augmentation de la force suivie d'une diminution légère plus ou moins marquée avant l'augmentation linéaire de la force sont également observées pour ce type d'échantillon.

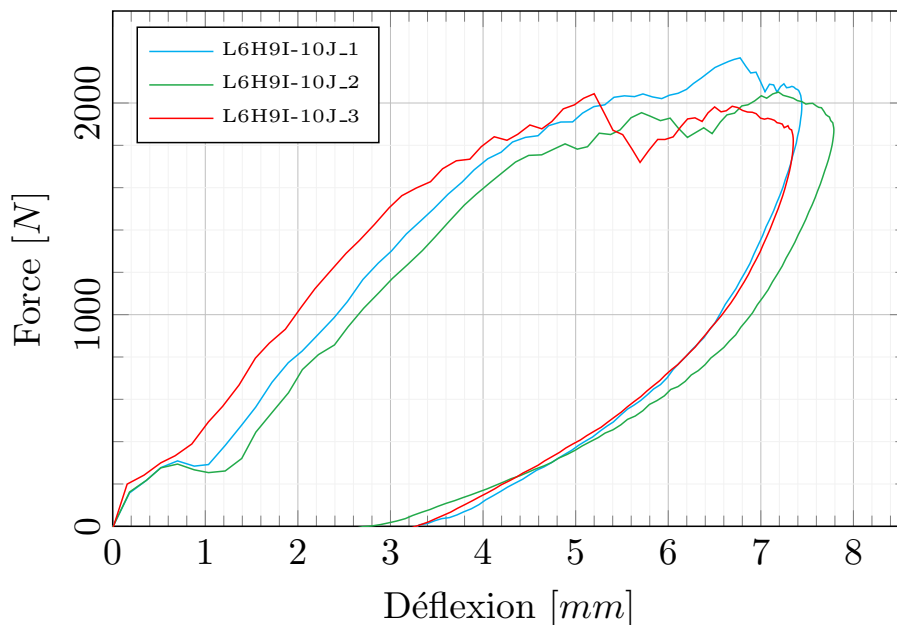


Figure 3.35 – Courbes force/déflexion des échantillons 6 plis vieillis dans l'eau pendant 290 jours et impactés avec une énergie de 10 J (L6H9I-10J)

Type d'éprouvette	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
L6I-10J	$5.80 \pm 0.39$	$3.17 \pm 0.77$	$2024 \pm 61$	$9.30 \pm 0.99$	$6.23 \pm 0.27$	$727.6 \pm 16.0$
L6H9I-10J	$7.67 \pm 0.33$	$2.54 \pm 0.20$	$2156 \pm 73$	$10.11 \pm 0.38$	$7.53 \pm 0.23$	$484.3 \pm 27.8$

Tableau 3.6 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 6 plis non vieillis (L6I-10J) et après immersion dans l'eau pendant 290 jours pour une énergie de 10 J (L6H9I-10J)

D'après les données indiquées dans le tableau, on constate que la plupart des valeurs des paramètres ont augmenté par rapport à l'impact simple. Comme pour le composite à 4 plis, la raideur a diminué de manière assez significative, passant d'environ 728 N/mm à 484 N/mm. Les essais réalisés ici correspondent à des impacts sans perforation, comme c'était déjà le cas pour les essais

sur les composites lin/époxy de 6 plis impactés avec une énergie de 10 J.

### 3.4.1.3 Résultats associés aux échantillons 8 plis

Dans ce dernier cas, les essais sont également répétables, malgré une erreur assez importante concernant la raideur (16.5%). Contrairement aux résultats obtenus avec les autres épaisseurs, l'apparence des courbes semble assez lisse sur le début et la non linéarité de départ n'apparaît pas. Cela est probablement dû à l'endommagement qui est moindre sur ce type de matériau, puisqu'une énergie de 10 J ne représente pas tout à fait un tiers de l'énergie de perforation du 8 plis. Une petite zone un peu moins lisse est observable un peu avant que la force atteigne son maximum, correspondant à un léger endommagement du matériau. En comparaison avec l'impact simple, la prise d'eau du matériau a une incidence notable sur le matériau puisque l'on observe la plus importante diminution de la raideur, passant d'une valeur de 1320 à 661 N/mm, soit une valeur moitié moindre. Encore une fois, le type d'impact est un impact sans perforation.

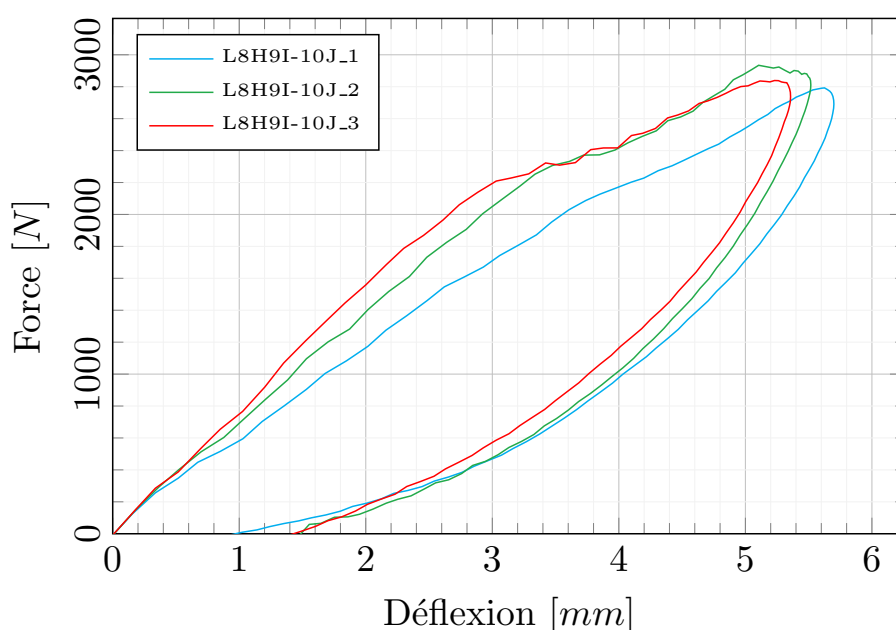


Figure 3.36 – Courbes force/déflexion des échantillons 8 plis vieillissés dans l'eau pendant 290 jours et impactés avec une énergie de 10 J (L8H9I-10J)

Type d'éprouvette	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
L8I-10J	$5.84 \pm 0.66$	$3.31 \pm 0.23$	$3354 \pm 131$	$6.17 \pm 0.23$	$4.24 \pm 0.26$	$1320.4 \pm 137.5$
L8H9I-10J	$5.55 \pm 0.50$	$3.74 \pm 0.13$	$2879 \pm 85$	$7.51 \pm 0.31$	$5.52 \pm 0.17$	$661.1 \pm 109.1$

Tableau 3.7 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/époxy de 8 plis non vieillissés (L8I-10J) et après immersion dans l'eau pendant 290 jours pour une énergie de 10 J (L8H9I-10J)

### 3.4.1.4 Analyse visuelle post-impact des échantillons vieillissés dans l'eau puis impactés

La figure 3.37 présente les photographies post-impact des éprouvettes lin/époxy de 4, 6 et 8 plis vieillissés dans l'eau puis impactées avec une énergie de 10 J. Pour chaque épaisseur, les faces

impactées et opposées à l'impact de deux échantillons sont montrées. Les photographies sont similaires pour une même épaisseur, et montre à nouveau que les essais ont une bonne répétabilité et que les endommagements des matériaux sont également proches. Sur les photographies des échantillons de 4 plis (figures 3.37.a) et b)), la trace laissée par l'impacteur sur la surface impactée est bien visible, mais ne laisse plus de point d'indentation blanc, comme c'était le cas pour le scénario 1. Les fissures au dos de l'éprouvette vont toujours dans la direction des mèches de fibres. Sur les photographies obtenues pour les échantillons de 6 et 8 plis (figures 3.37.c) à f)), l'indentation apparaît, mais est difficilement observable et le point d'indentation blanc correspondant à de la fissuration matricielle n'est pas présent non plus. De légères fissures sont visibles au dos des éprouvettes. Ce comportement a également été observé dans une étude de Fiore et al. [215] sur le comportement à l'impact de matériaux composites hybrides avec des renforts en jute et basalte vieilliss pendant 30 ou 90 jours dans un brouillard salin. Il en est de même pour l'étude de Živković et al. [216] où des composites lin/vinylester ont subi un vieillissement accéléré en eau salée à 80°C pendant 912 h. A partir de ces résultats, il est particulièrement important de noter que, malgré un endommagement conséquent des matériaux en raison de l'impact, il est difficile de remarquer qu'un impact a eu lieu. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer la réduction voire la disparition des endommagements externes du matériau vieilli par rapport au matériau sain. L'indentation en profondeur sur la surface impactée disparaît après le vieillissement, ce qui implique que les contraintes de contact localisées ne sont plus suffisamment élevées pour induire la formation de ce type de dommage au point d'impact. La souplesse accrue du matériau peut l'expliquer. Le vieillissement hydrique a eu pour conséquence une prise d'humidité élevée dans le composite en raison d'une hydrophilie élevée de la fibre de lin. Le matériau est ainsi devenu plus souple et plus ductile, comme le montre par exemple Saidane dans sa thèse [162] lors d'essais de traction sur un composite à renforts sergé lin vieilli dans l'eau. Cette souplesse accrue due au vieillissement associée à une plastification du matériau explique l'absence ou la réduction de marque d'indentation. Cette absence peut également s'expliquer par la dégradation de la matrice lors du vieillissement dans l'eau. La quantité de résine présente au-dessus des fibres a diminué, et lors de l'impact, l'impacteur entre quasi-directement en contact avec les fibres, qui se déforment, mais qui ne présentent pas de marques lors de l'impact.

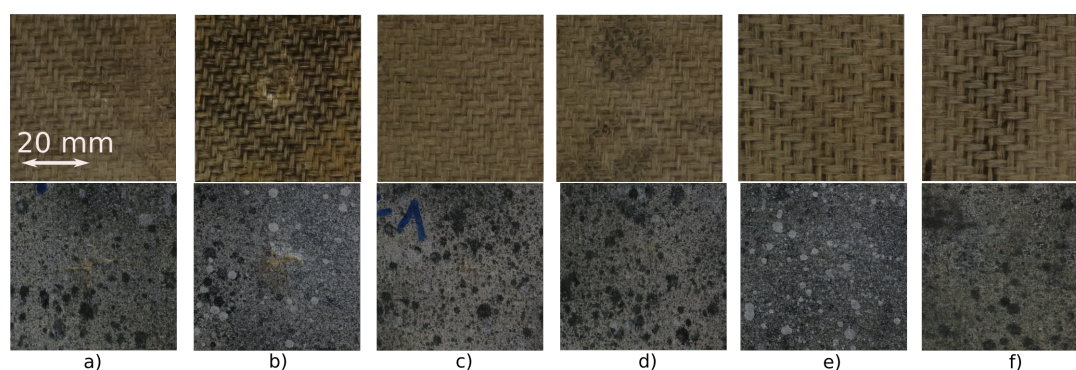


Figure 3.37 – Endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des éprouvettes de 4, 6 et 8 plis vieillies dans l'eau et impactées avec une énergie de 10 J : a) L4H9I-10J-1, b) L4H9I-10J-2, c) L6H9I-10J-1, d) L6H9I-10J-2, e) L8H9I-10J-1 et f) L8H9I-10J-2

### 3.4.2 Vieillissement naturel (scénario 4)

Le dernier scénario correspond au vieillissement naturel. Seuls des échantillons d'une épaisseur de 4 plis ont été vieilliss naturellement. Les échantillons ont tous été impactés avec une énergie de 10 J après leur vieillissement. Ils sont notés "L(nombre de plis)VI(énergie d'impact)", soit



L4VI-10J pour les échantillons étudiés dans cette partie (4 plis, vieillissement naturel et impact avec une énergie de 10 J).

La figure 3.38 présente les résultats obtenus lors des essais réalisés sur les échantillons vieillis naturellement. Les données récupérées lors de ces essais sont répertoriées dans le tableau 3.8. Les courbes et les résultats indiqués dans le tableau montrent que les essais ont une bonne répétabilité. La non-linéarité est également observable au début de la courbe mais reste assez faible. On peut également constater, en observant l'allure de la courbe lorsque la force diminue qu'il y a une légère initiation de la perforation. Cela peut également s'observer à l'aide des images prises au cours de l'essai. En termes de résultats, le composite vieilli naturellement a une réponse intéressante à l'impact puisqu'il absorbe un peu moins d'énergie que les composites sains et vieillis hydriquement, et en renvoie donc plus. La durée de l'impact est également légèrement inférieure, de même que la déflexion maximale. La perte de raideur est quant à elle peu importante par rapport au matériau sain. Toutes ces informations semblent montrer que le vieillissement naturel réalisé dans le cadre de cette étude n'altère que peu les propriétés du composite à l'impact, voire les améliore légèrement.

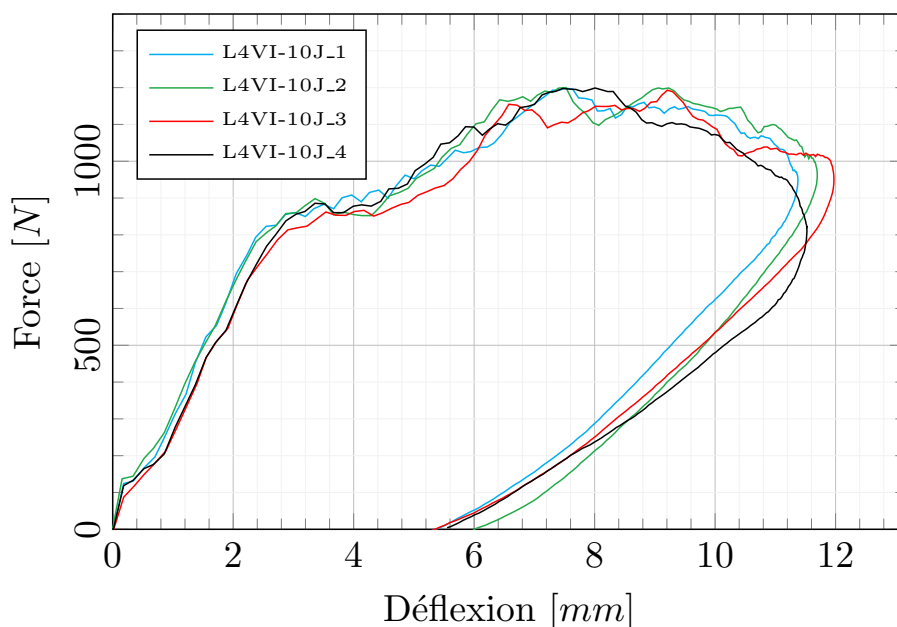


Figure 3.38 – Courbes force/déflexion des échantillons 4 plis vieillis naturellement et impactés avec une énergie de 10 J (L4VI-10J)

Type d'éprouvette	$E_{abs}$ (J)	$E_{renv}$ (J)	$F_{max}$ (N)	Durée (ms)	$d_{max}$ (mm)	Raideur (N/mm)
L4I-10J	8.44	1.93	$1183 \pm 7$	17.93	12.00	$379.6 \pm 55.7$
L4H9I-10J	$8.91 \pm 0.46$	$1.55 \pm 0.30$	$1312 \pm 64$	$17.21 \pm 0.31$	$12.37 \pm 0.14$	$224.5 \pm 33.6$
L4VI-10J	$8.24 \pm 0.28$	$2.18 \pm 0.24$	$1231 \pm 12$	$16.48 \pm 0.63$	$11.64 \pm 0.26$	$335.3 \pm 20.3$

Tableau 3.8 – Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 4 plis après vieillissement naturel pour une énergie de 10 J (L4VI-10J), comparés à ceux des échantillons L4I-10J (non vieillis) et L4H9I-10J (vieillis 9 mois dans l'eau)

La figure 3.39 présente les photographies des faces impactées et opposées à l'impact des com-



posites lin/époxy de 4 plis vieillis naturellement puis impactés dans le cadre du scénario 4. La forme des endommagements est similaire sur les 4 photographies. L'aspect des échantillons sur les figures 3.39.a) et d) est différent de celui des échantillons visibles sur les figures 3.39.b) et c). En effet, lors de la fabrication des matériaux, une face de la plaque est positionnée sur une plaque en verre, et l'autre face est positionnée sous un tissu d'arrachage, ayant pour résultat un aspect de surface légèrement différent. Lors du vieillissement naturel, deux échantillons ont été placés avec la face positionnée sous le tissu d'arrachage lors du procédé vers le haut et deux autres échantillons ont été positionnés dans l'autre sens, afin d'évaluer si la différence de surface avait une influence ou non. Le jaunissement est ainsi plus important sur la face positionnée côté plaque en verre lors de la fabrication, mais au vu des résultats, cela n'a pas eu d'incidence sur les propriétés des matériaux et leur comportement à l'impact.

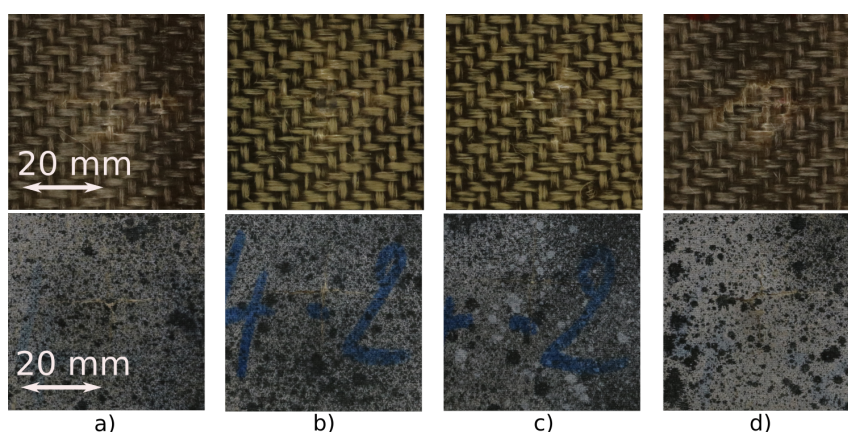


Figure 3.39 – Endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des éprouvettes vieillis naturellement et impactées avec une énergie de 10 J : a) LAVI-10J-1, b) LAVI-10J-2, c) LAVI-10J-3 et d) LAVI-10J-4

## 3.5 Comparaison des résultats des différents scénarios

Les impacts des scénarios 1, 3 et 4 ont été analysés dans ce chapitre. A partir des courbes force/déflexion obtenues lors des essais, plusieurs paramètres caractéristiques des impacts ont pu être évalués et comparés. D'autre part, la technique de corrélation d'images ainsi que l'imagerie rapide ont permis de déterminer plus en détails les comportements des matériaux. Trois types d'impact particuliers ont été analysés en particulier en combinant ces techniques d'analyse. Il s'agit ici de réaliser une synthèse des différents résultats obtenus ainsi qu'un comparatif des différents scénarios pour les 3 épaisseurs.

### 3.5.1 Résultats de l'analyse standard

La figure 3.40 rassemble les courbes obtenues lors des essais d'impact après vieillissement hydrique et les courbes d'impact simple pour des énergies de 10 J. Comme expliqué dans les différentes sous-parties concernant l'impact après vieillissement hydrique (paragraphe 3.4.1), on note que la déflexion maximale, la force maximale et la durée de l'impact augmentent dans le cas des composites vieillis par rapport aux composites simplement impactés. La différence se voit encore

plus dans la variation de raideur, qui peut être réduite d'un facteur de 1.5 voire 2, comme c'est le cas pour le 8 plis. Dans le cas des essais réalisés sur les composites L4H9, l'impact a conduit à une amorce de perforation, tandis que pour les deux autres épaisseurs, il n'y a pas eu de perforation. Pour le composite avec 4 plis, le vieillissement hydrique ne semble pas modifier la valeurs de son énergie de perforation. D'autre part, comme cela a pu être observé lors de l'analyse visuelle sur les images post-impact, les endommagements sur les faces impactées sont moins visibles que dans le cas d'un impact sur un matériau sain.

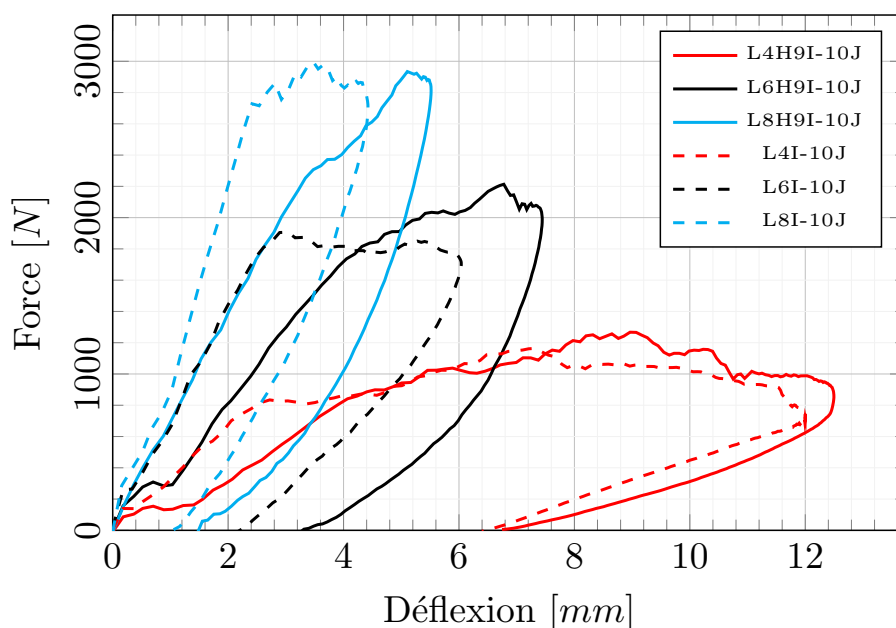


Figure 3.40 – Comparaison des courbes force/déflexion des échantillons non vieillis (L4, L6 et L8) et vieillis après immersion dans l'eau pendant 290 jours (L4H9, L6H9 et L8H9) après un impact de 10 J

La figure 3.41 présente les courbes force/déflexion obtenues pour les essais réalisés avec des énergies d'impact de 10 J sur le 4 plis pour les 3 différents scénarios. La courbe force/déflexion choisie pour représenter l'impact sans vieillissement est la courbe obtenue pour l'impact avec amorce de perforation (L4I-10J), plus facilement comparable aux deux autres courbes puisque les impacts avec vieillissement (que ce soit hydrique ou naturel) conduisent également à un impact avec amorce de perforation. Comme on peut l'observer, il y a peu de variations entre les courbes des scénarios 1 et 4 (L4I-10J et L4VI-10J), mais celle de l'échantillon vieilli dans l'eau (scénario 3) se distingue un peu des autres courbes. En effet, la non-linéarité présente au début de chaque courbe est bien plus marquée que pour les 2 autres types d'échantillons, et la raideur est plus faible, conduisant à une déflexion maximale et une déflexion finale plus importantes. Cette non-linéarité marque le début de l'endommagement du matériau et montre un plus fort endommagement des composites vieillis dans l'eau que des composites sains lors de l'impact.

La figure 3.42 présente l'évolution des raideurs dynamiques en fonction du nombre de plis et du scénario. Les valeurs sont normalisées par la valeur de raideur obtenue sur les impacts à 10 J réalisés sur les échantillons sains (scénario 1). Les résultats montrent une diminution importante de la raideur après le vieillissement hydrique, de l'ordre de 41% pour le 4 plis, 33% pour le 6 plis et 50% pour le 8 plis. Le vieillissement naturel a également une influence sur la raideur, mais cette dernière ne diminue que de 12%. Il est intéressant de constater que le 6 plis présente la perte la moins importante des trois matériaux.

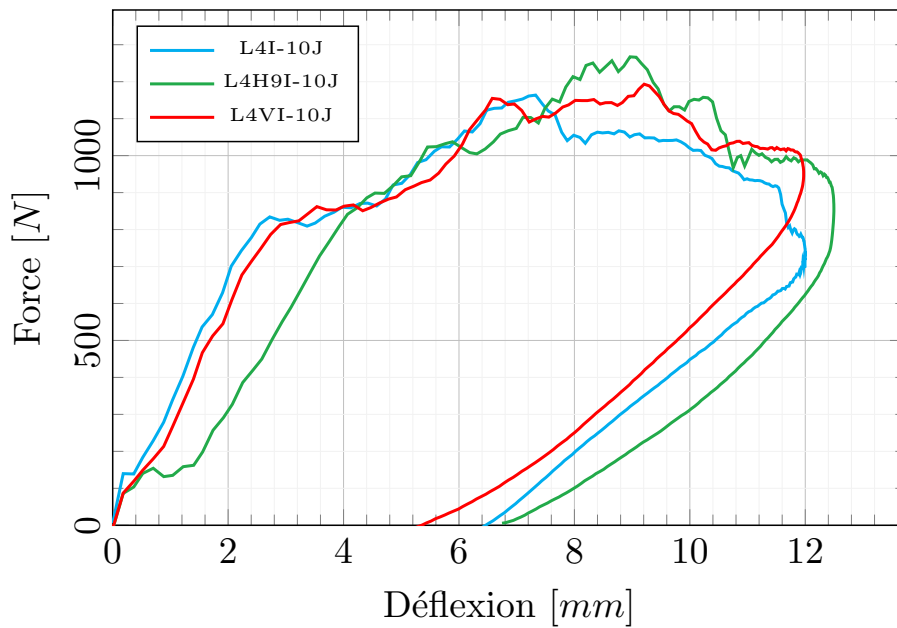


Figure 3.41 – Courbes force/déflexion des échantillons 4 plis des scénarios 1 (L4I-10J), 3 (L4H9I-10J) et 4 (L4VI-10J) avec une énergie de 10 J

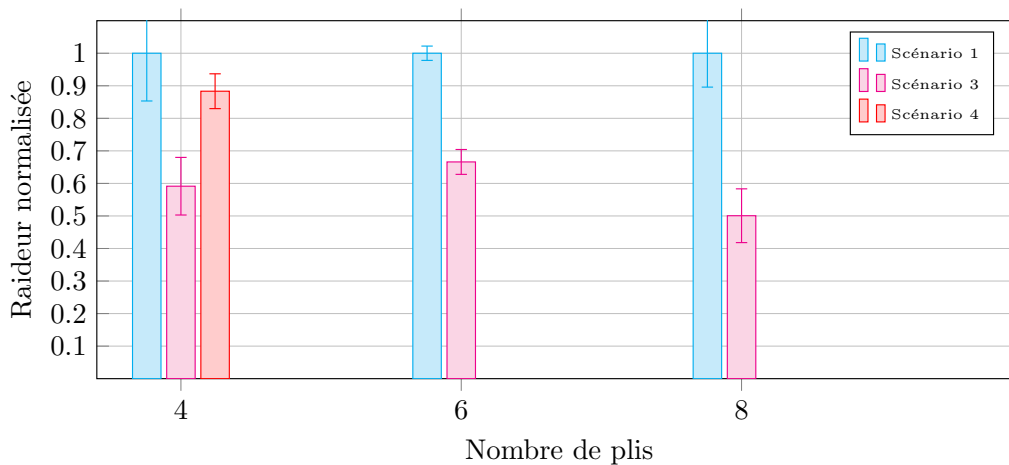


Figure 3.42 – Comparaison des raideurs dynamiques normalisées par rapport aux raideurs obtenus lors du scénario 1 avec un impact de 10 J durant les scénarios 1, 3 et 4 pour une énergie d'impact de 10 J (Sc1=Impact; Sc3=Immersion/Impact; Sc4=Vieillessement naturel/Impact)

### 3.5.2 Résultats de l'analyse par stéréo-corrélation d'images

En complément des résultats de l'analyse standard, la technique de stéréo-corrélation d'images permet d'obtenir d'autres informations permettant de caractériser les matériaux lors de l'impact. Comme cela a été montré précédemment, les profils de déflexion suivant l'axe vertical ou l'axe horizontal (figure 3.19) sont très similaires. Par conséquent, pour réaliser les comparaisons, seuls les profils de déflexion suivant l'axe horizontal  $x$  ont été tracés. Les figures 3.43, 3.44 et 3.45 présentent ces profils pour 4, 6 et 8 plis. Chaque sous-figure correspond à un instant donné, et les valeurs de déflexion obtenues pour les éprouvettes testées dans le cadre du scénario 1 (avec une énergie d'impact de 10 J) sont tracées en bleu cyan, celles du scénario 3 sont tracées en magenta et celles du scénario 4 en vert.

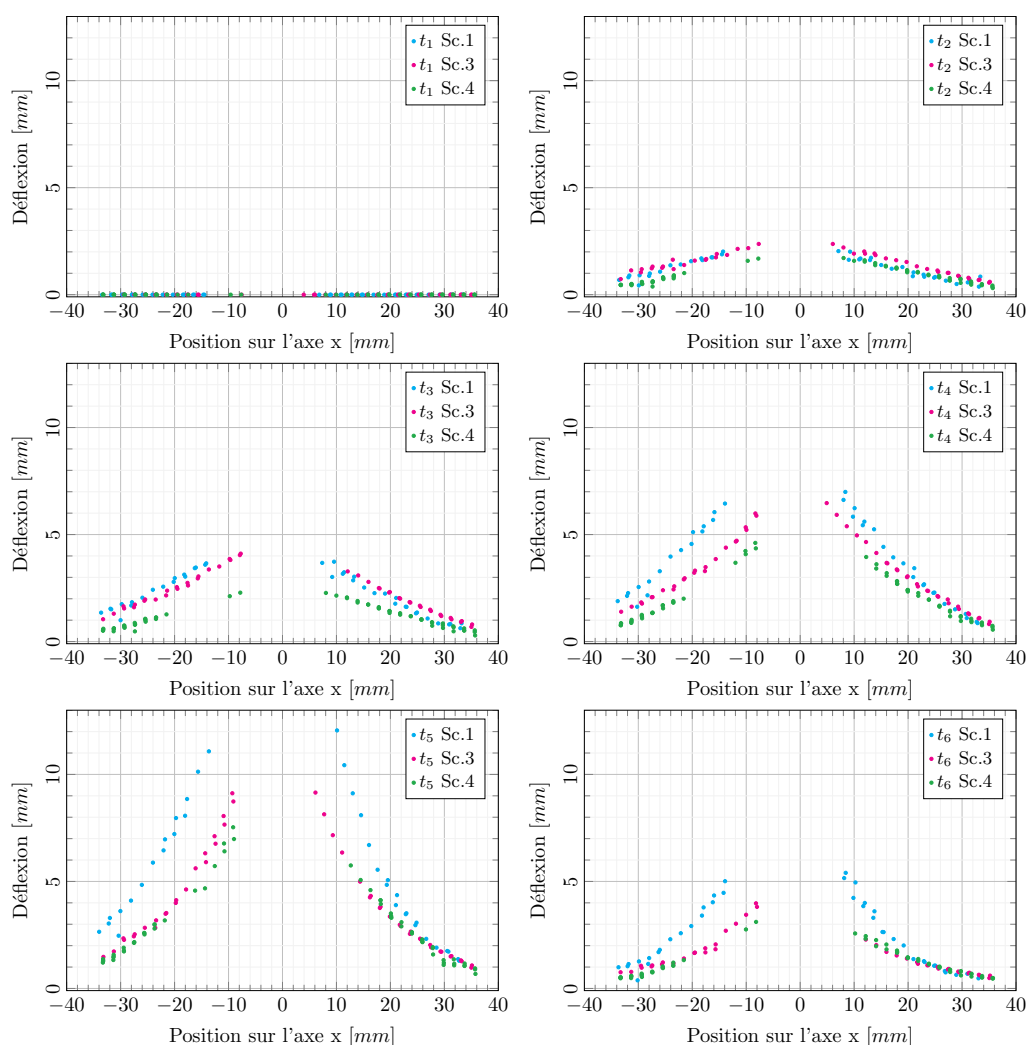


Figure 3.43 – Comparaison des profils de déflexion des composites lin/époxy de 4 plis impactés avec une énergie de 10 J en fonction des scénarios (Sc.1 en bleu cyan, Sc.3 en magenta et Sc.4 en vert) aux instants caractéristiques de l'impact avec amorce de perforation (définis au paragraphe 3.3.3.1)  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ ,  $t_4$ ,  $t_5$  et  $t_6$  (de gauche à droite et de haut en bas)

Sur la figure 3.43, les instants  $t_1$  à  $t_6$  sont déterminés de la même manière que ceux présentés lors de l'analyse de l'impact avec amorce de perforation (paragraphe 3.3.3.1). Les résultats

montrent que pour les trois scénarios, le comportement semble être similaire sur le début, et à partir de  $t_3$ , les échantillons L4VI-10J ont une déflexion moins élevée que les deux autres types d'échantillons, ce qui montre une moins forte déformation de ce matériau dans la zone élastique. Lorsque la force d'impact est maximale (à  $t_4$ ), l'écart entre les déflexions de chacun des matériaux n'est pas significatif, mais le matériau non vieilli (L4I-10J) montre la déflexion la plus importante. A  $t_5$ , c'est-à-dire à déflexion maximale, cette tendance se confirme et le composite non vieilli subit la plus forte déflexion. Il y a très peu de différences entre le comportement à déflexion maximales des échantillons L4H9I-10J et L4VI-10J. Enfin, à  $t_6$ , après le retour élastique, c'est également le L4I-10J qui conserve la déflexion la plus élevée tandis que les échantillons vieillis ont un retour élastique similaire et leur déflexion finale est du même ordre.

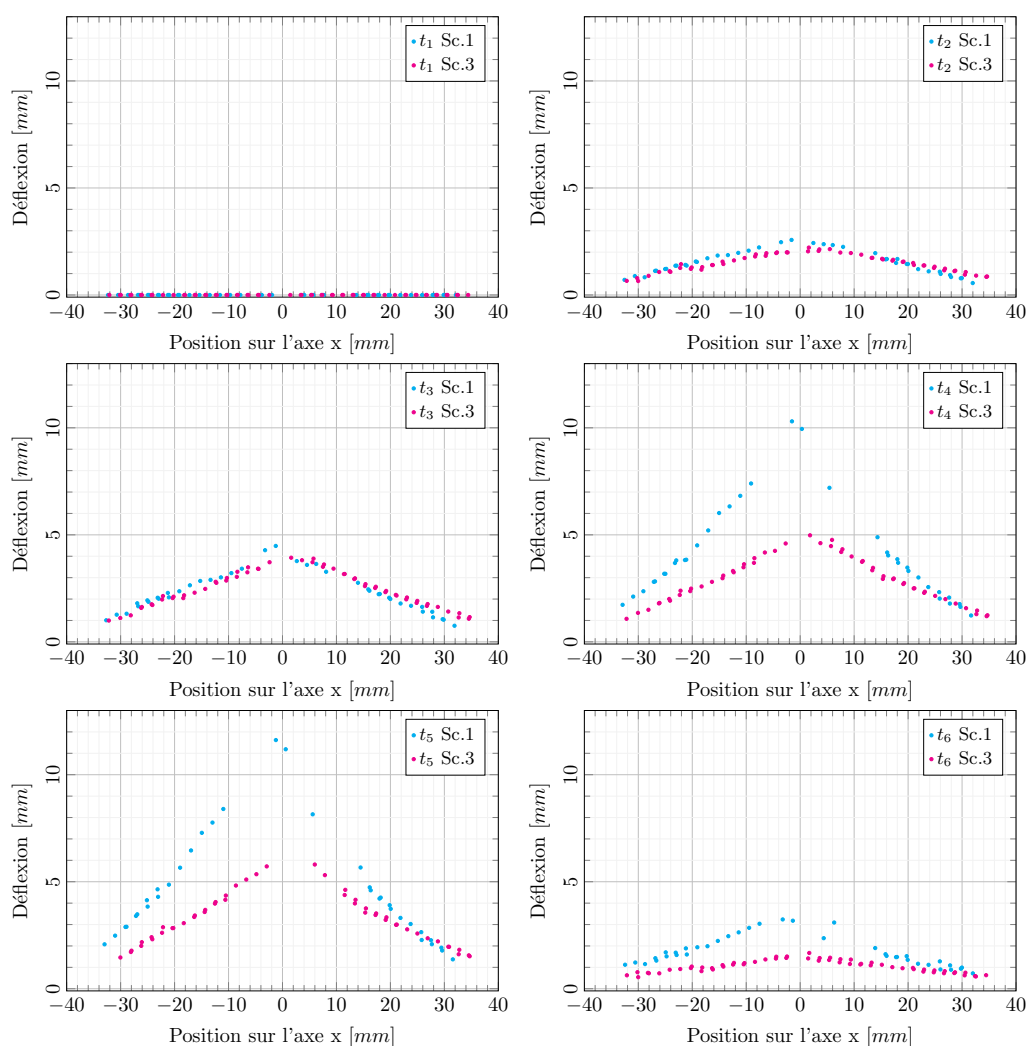


Figure 3.44 – Comparaison des profils de déflexion des composites lin/époxy de 6 plis impactés avec une énergie de 10 J en fonction des scénarios (Sc.1 en bleu cyan et Sc.3 en magenta) aux instants caractéristiques de l'impact sans perforation (définis au paragraphe 3.3.3.1)  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ ,  $t_4$ ,  $t_5$  et  $t_6$  (de gauche à droite et de haut en bas)

La figure 3.44 présente les profils de déflexion des échantillons de 6 plis impactés dans le cadre du scénario 1 (L6I-10J) et du scénario 3 (L6H9I-10J). Les instants caractéristiques  $t_1$  à  $t_6$  correspondent dans ce cas à ceux d'un impact sans perforation. Le comportement des composites avec 6 plis est assez similaire à celui observé pour les composites avec 4 plis. Durant toute la phase élastique (jusqu'à  $t_3$ ), les deux types de composites fléchissent de la même façon et les

valeurs de déflexion sont très proches. Cependant, lorsque la force maximale est atteinte à  $t_4$ , la déflexion du composite non vieilli est beaucoup plus importante que celle du composite L6H9I-10J, avec une déflexion d'environ 5 mm pour ce dernier, et 10 mm pour le composite L6I-10J. A  $t_5$ , la déflexion augmente encore légèrement pour les deux matériaux, toujours avec une déflexion beaucoup plus importante pour le L6I-10J. Enfin, après le retour élastique ( $t_6$ ), la déflexion résiduelle du composite non vieilli est encore supérieure à celle du composite vieilli, dont la surface redevient quasiment plate.

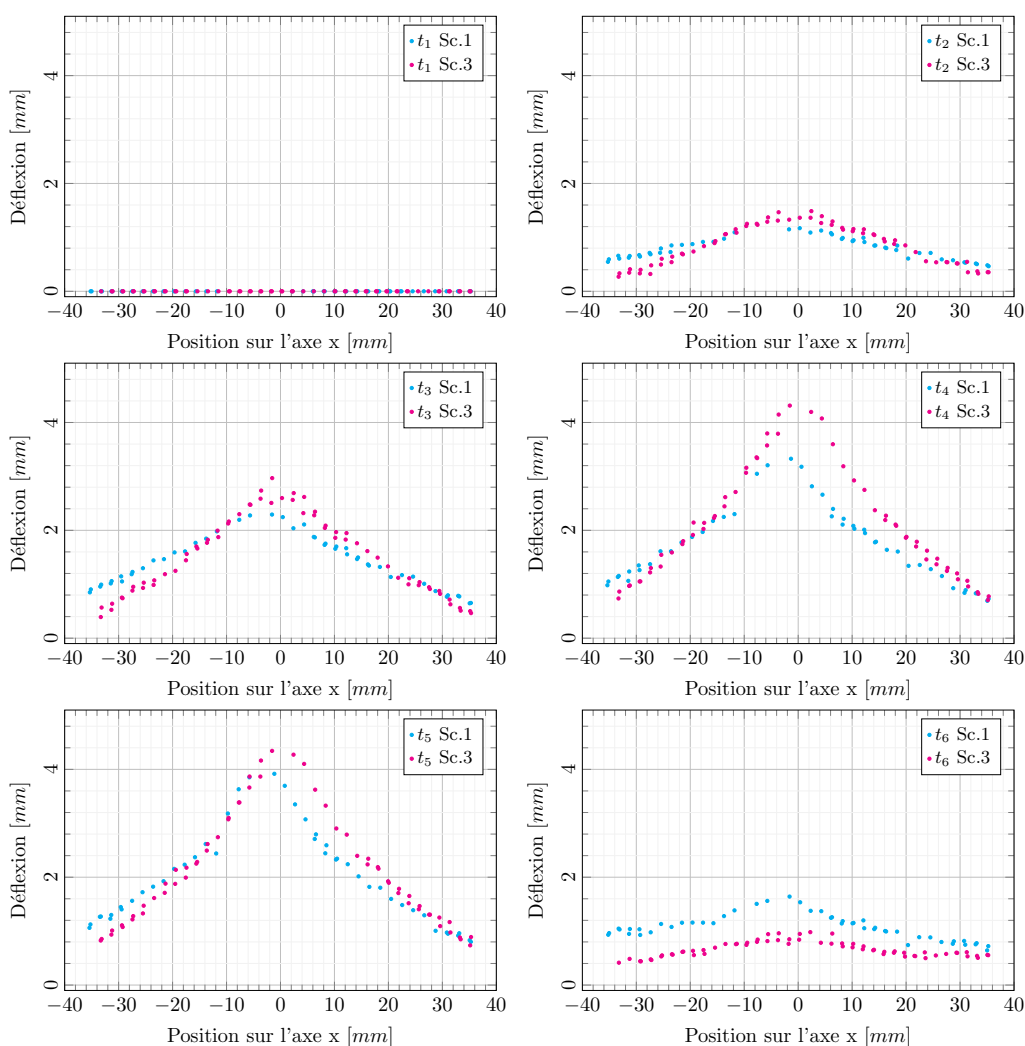


Figure 3.45 – Comparaison des profils de déflexion des composites lin/époxy de 8 plis impactés avec une énergie de 10 J en fonction des scénarios (Sc.1 en bleu cyan et Sc.3 en magenta) aux instants caractéristiques de l'impact sans perforation (définis au paragraphe 3.3.3.1)  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ ,  $t_4$ ,  $t_5$  et  $t_6$  (de gauche à droite et de haut en bas)

Pour terminer, la figure 3.45 présente les résultats obtenus pour les échantillons de 8 plis au cours des impacts effectués sur matériau sain (scénario 1) ou après vieillissement hydrique (scénario 3). Encore une fois, il n'y a pas de différence notable entre le comportement des matériaux non vieillis et vieillis lors de la phase élastique allant jusqu'à l'instant  $t_3$ . Cependant, à  $t_4$ , une différence est observée avec une déflexion plus importante pour le composite vieilli (L8H9I-10J). Ce résultat s'oppose à ceux obtenus précédemment puisque pour le 4 et le 6 plis, le matériau sain présentait une déflexion plus importante que le matériau vieilli au cours de cette phase. A  $t_5$ , les profils de déflexion obtenus pour les deux types d'échantillons sont du même ordre, avec toutefois

une déflexion légèrement plus importante pour le composite L8H9I-10J. Enfin, le retour élastique est plus important pour le composite vieilli que pour le composite sain. Ce dernier a une déflexion résiduelle plus importante à  $t_6$  que L8H9I-10J.

Plusieurs informations peuvent être obtenues des comparaisons des scénarios pour les différentes épaisseurs. Premièrement, l'impact sur le matériau sain conduit à la déflexion résiduelle sur la face opposée à l'impact la plus importante (en comparaison avec les deux autres scénarios). De même, pour les composites de 4 et 6 plis, à la déflexion maximale mesurée par l'impacteur, la déflexion des composites sains impactés est plus importante que celle des composites vieillis. En revanche, pour le 8 plis, le composite vieilli a une déflexion légèrement plus élevée que le composite sain. Enfin, pour les trois épaisseurs, le comportement dans la zone élastique est similaire pour les scénarios 1 et 3, et dans le cas du scénario 4, la déflexion augmente un peu moins rapidement dans la zone élastique. L'ensemble de ces observations montre que les endommagements apparaissant sur le matériau à partir de la fin de la zone élastique diffèrent selon les scénarios. Dans le cas du scénario 1, l'endommagement se propage dans l'épaisseur et est transmis par les différents constituants du matériau jusqu'à la face inférieure (opposée à l'impact). Dans le cas des scénarios 3 et 4, c'est un peu plus complexe en raison de la présence d'eau dans les matériaux et de leur dégradation causée par le gonflement des fibres et les altérations chimiques. Des ruptures matricielles et de fibres ainsi qu'une interface fibre/matrice dégradée en raison des vieillissements peuvent être la raison de ces différences de comportement. Imielińska et al. [217] ont réalisé une étude sur l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement à l'impact basse vitesse de composites à renforts tissés hybrides (aramide et verre) et matrice époxy. Les auteurs ont observé une zone d'endommagement post-impact moins importante pour les matériaux ayant subi un vieillissement hydrique que pour les matériaux sains. D'après les auteurs, cette réduction de la zone endommagée est le résultat de la propagation des endommagements aux interfaces déjà présents avant l'impact en raison du vieillissement, qui absorbent l'énergie d'impact et limitent le délaminage. Dans le cadre de la présente étude, cela se vérifie sur l'énergie absorbée des composites vieillis dans l'eau qui est supérieure à celle des composites non-vieillis pour le 4 et le 6 plis, et du même ordre de grandeur pour le 8 plis. Živković et al. [216] ont observé ce phénomène sur des composites lin/vinylester soumis à un vieillissement accéléré en eau salée et à 80°C, expliquent cela par le fait que durant l'impact, les fibres deviennent le porteur de charge principal en raison de leur ductilité amplifiée par le vieillissement, améliorant ainsi la résistance à l'impact du matériau.

### 3.6 Conclusion

Dans ce chapitre, l'impact des échantillons lin/époxy avec 4, 6 et 8 plis a été étudié. Dans la première partie, les énergies de premier endommagement visible et de perforation ont été déterminées sur les composites lin/époxy sains. Les composites subissent un premier endommagement visible pour des énergies comprises entre 0 et 2.5 J pour les composites de 4 et 6 plis, et cette valeur est un peu plus élevée pour le 8 plis (entre 3 et 5.5 J). De même, les énergies de perforation visibles (déterminées par observation post-impact) déterminées pour le 4, 6 et 8 plis sont respectivement de 15, 22 et 33.7 J. Les résultats obtenus par la suite ont montré que les énergies de perforation réelle (déterminées par observation du composite au cours de l'impact et notamment lors de sa déflexion maximale) sont plus faibles que les énergies de perforation visible. Leurs valeurs sont proches de 10 J pour le 4 plis, 20 J pour le 6 plis et entre 30 et 34 J pour le 8 plis.



Dans un second temps, l'impact des échantillons sains a été étudié en détails, avec la mise en œuvre d'une analyse standard considérant les données récupérées par les capteurs présents sur la tour de chute (accéléromètre et capteur de force). Dans l'étude, l'utilisation de caméras rapides a également permis de réaliser de l'imagerie rapide ainsi que de la stéréo-corrélation d'images afin d'identifier les comportements et propriétés caractéristiques des matériaux durant l'impact. Une comparaison a ensuite été réalisée avec des composites verre/époxy de 4, 6 et 8 plis impactés avec une énergie de 10 J. Même si ces derniers n'avaient pas le même taux volumique de fibres que les composites lin/époxy, les résultats ont permis de montrer que les propriétés à l'impact des composites lin/époxy pouvaient concurrencer celles des composites à fibres de verre pour une même masse d'échantillon.

Après avoir analysé le comportement à l'impact des composites sains (non fatigués et non vieillis), l'impact des composites lin/époxy étudiés dans le cadre des scénarios 3 (vieillissement hydrique/impact) et 4 (vieillissement naturel/impact) a été analysé et comparé aux résultats obtenus sur les matériaux sains. À l'aide des diverses analyses réalisées, plusieurs conclusions ont pu être tirées en comparant les différents scénarios. La première est que lorsqu'un matériau est vieilli (hydriquement ou naturellement), sa réponse à l'impact se modifie. Cela se traduit pour une perte de raideur bien visible dans le cas du vieillissement hydrique, d'un facteur de l'ordre de 1.5 à 2 (cas du 8 plis). Malgré la baisse de la raideur avec le vieillissement, les matériaux vieillis devenus plus ductiles ont montré leur capacité de résistance à l'impact puisque la charge maximale est peu affectée voire devient supérieure dans certains cas. Les endommagements ou ruptures au niveau de l'interface fibre/matrice dus au gonflement des fibres de lin ainsi que les phénomènes de plastification et d'hydrolyse de la matrice causés par le vieillissement permettent à la fois d'absorber une partie de l'énergie lors de l'impact et de limiter la propagation du délaminage. De plus, après les deux vieillissements, l'indentation de l'impacteur n'est plus clairement visible sur le matériau, ce qui était pourtant le cas pour un impact sur matériau sain. Cela s'explique par la ductilité plus importante du matériau et la perte de résine sur la face impactée au cours des vieillissements. De même, la déflexion résiduelle sur la face opposée à l'impact obtenue dans le cadre des scénarios 3 et 4 est moindre que dans le cadre du scénario 1. Cela signifie qu'il est plus difficile de repérer qu'il y a eu un impact sur le matériau en analyse post-mortem, alors que les propriétés des matériaux ont été diminuées. Il serait par la suite intéressant d'étudier le comportement à l'impact des matériaux vieillis dans l'eau puis désorbés afin d'évaluer la réversibilité du vieillissement.

Au travers de ce chapitre, plusieurs techniques d'analyse complémentaires ont été utilisées. La stéréo-corrélation a permis de mieux interpréter le comportement des composites au cours de l'impact, et de mieux appréhender les différences entre trois types d'impact : l'impact sans perforation, l'impact avec amorce de perforation, et l'impact avec perforation totale. Dans le cadre de cette étude, les données obtenues à l'aide de la stéréo-corrélation d'images ont été restreintes aux profils de déflexion obtenus à différents instants de l'impact et en particulier à déflexion maximale. Cependant, il a été montré que les données pouvant être déterminées à l'aide de cette technique pouvaient être bien plus nombreuses, puisqu'il est possible d'obtenir les valeurs de déplacement et de déformation sur la totalité de la surface étudiée et à différents instants de l'impact. Ces données, qui n'ont pas été complètement utilisées ici, pourront servir à l'avenir de base de données pour la mise en œuvre de modèles éléments finis permettant de déterminer le comportement à l'impact de ce type de matériaux.

# 4

## Caractérisation du comportement mécanique pré et post-impact

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>134</b>
<b>4.2</b>	<b>Caractérisation sans ou avant impact</b>	<b>134</b>
4.2.1	Essais de traction	134
4.2.2	Flexion 3 points quasi-statique	144
4.2.3	Fatigue en flexion 3 points	146
<b>4.3</b>	<b>Caractérisation post-impact</b>	<b>148</b>
4.3.1	Flexion après impact	148
4.3.2	Etude du comportement en fatigue	156
<b>4.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>158</b>

---

## 4.1 Introduction

Les matériaux composites lin/époxy ont été testés et analysés lors d'impacts réalisés sur une tour de chute, comme montré au chapitre 3. Les analyses réalisées au cours de ce chapitre ont déjà permis de mieux comprendre le comportement du matériau ainsi que ses caractéristiques à l'impact en utilisant plusieurs techniques d'analyse telles que l'instrumentation classique avec des capteurs (accéléromètres et capteurs de force) ainsi que de la stéréo-corrélation d'images numériques. Néanmoins, pour aller plus loin dans la connaissance de ces matériaux, il est important de pouvoir les caractériser avant l'impact, pour par exemple connaître leurs propriétés mécaniques ou encore leur capacité à absorber de l'eau en milieu humide. De même, la réalisation d'essais post-impact permet une comparaison des résultats et de déterminer l'influence de l'impact sur l'évolution des propriétés mécaniques du matériau.

Ce chapitre est divisé en deux paragraphes distincts correspondant respectivement aux analyses du comportement du matériau avant impact, puis aux analyses du comportement post-impact du matériau. Différents essais ont été mis en œuvre. Des essais de traction ont été réalisés avant impact pour déterminer les caractéristiques mécaniques du composite, au moyen de deux techniques différentes de mesure des déformations : par extensométrie mécanique et optique. Des essais de flexion 3 points quasi-statiques et dynamiques ont également été menés dans le but d'évaluer l'évolution du comportement mécanique du matériau avant et après impact. Une attention toute particulière est portée aux valeurs des modules de flexion et à la durée de vie.

## 4.2 Caractérisation sans ou avant impact

Cette partie a pour objectif de déterminer les propriétés mécaniques des échantillons sains lin/époxy de 4, 6 et 8 plis, c'est-à-dire lorsqu'ils n'ont pas été endommagés par une ou plusieurs sollicitations (impact, vieillissement ou fatigue). Ces résultats visent à mettre en évidence les éventuelles pertes de propriétés causées par les impacts et les différentes sollicitations qu'auront subies les matériaux au cours des différents scénarios. Dans cette partie, des essais de traction ont été réalisés afin de déterminer les modules d'Young et coefficients de Poisson, ainsi que la résistance mécanique des échantillons. Au cours de ces essais, deux techniques de mesures des déformations ont été utilisées : l'extensométrie mécanique et optique. Cette dernière repose sur une méthode de corrélation d'images numériques (DIC), présentée au paragraphe 2.3.2. Elle a été mise en œuvre pour étudier plus finement le comportement du matériau en traction. Ensuite, des essais de flexion 3 points ont également été réalisés sur ces matériaux, ainsi que des composites verre/époxy. Les contraintes à rupture ainsi que les modules de flexion (définis dans le paragraphe 2.4.3.2) ont été calculés, et ces valeurs seront utilisées par la suite pour faire la comparaison avec les résultats des essais de post-impact. Différents essais de fatigue en flexion ont finalement été réalisés. Il s'agit de déterminer la durée de vie des matériaux en fonction des contraintes auxquelles ils ont été soumis.

### 4.2.1 Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur les échantillons 8 plis (L8), à l'aide de la machine de traction INSTRON présentée au paragraphe 2.4.1. Pour ces essais, les éprouvettes sont des bandes de composite de section rectangulaire, dont la largeur est fixée à 20 mm et d'épaisseur variant entre

5.5 et 6 mm en fonction du taux volumique de fibres (qui peut lui-même varier entre 29 et 31%, comme expliqué dans le paragraphe 2.2.3). Ces essais visent à caractériser le module d'Young de ces matériaux ainsi que la valeur de la contrainte à rupture. La technique de corrélation d'images numériques est mise en œuvre afin d'étudier plus finement le comportement en traction du matériau, et notamment de donner des valeurs de coefficients de Poisson. Néanmoins, le protocole expérimental en lien avec l'extensométrie optique n'apporte pas une précision suffisante des mesures, c'est pourquoi une technique apportant plus de précisions dans les résultats a été développée à partir de caméras microscopes et d'un mouchetis plus fin. Les essais de traction se sont focalisés sur l'analyse des propriétés élastiques du composite L8. Les échantillons L6 et L4 n'ont pas été traités dans cette étude, mais il serait judicieux de réaliser cette même analyse pour ces matériaux.

#### 4.2.1.1 Résultats des essais de traction obtenus par extensométrie mécanique

Les premiers essais sur les éprouvettes ont été réalisés avec l'aide d'un extensomètre axial (voir paragraphe 2.4.1), assurant la mesure de la déformation dans l'axe de traction de l'éprouvette au cours du temps. L'une des courbes contrainte/déformation obtenues pour le composite 8 plis est présentée sur la figure 4.1.

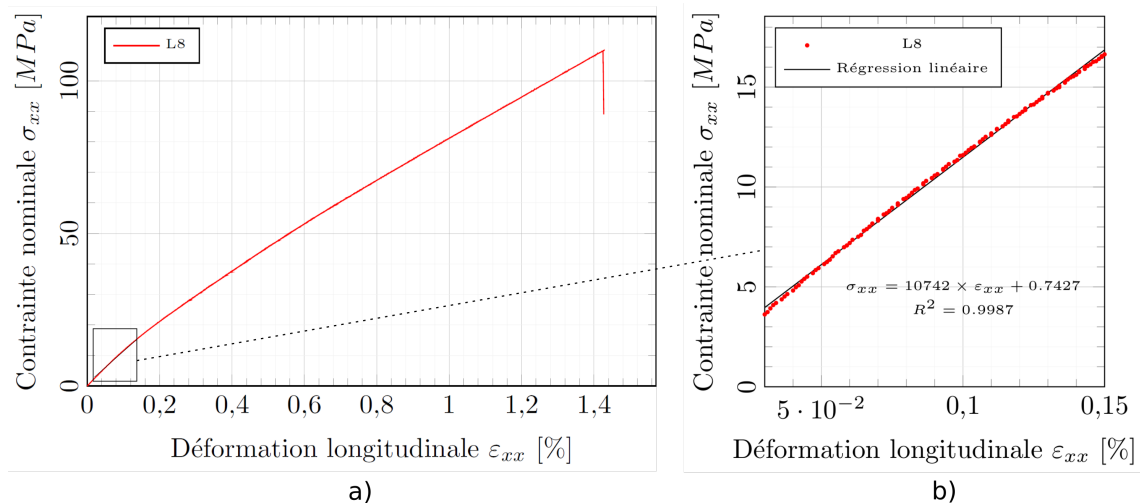


Figure 4.1 – Courbes contrainte/déformation obtenue lors d'un essai de traction sur une éprouvette L8 : a) courbe complète et b) zone élastique avec régression linéaire

La figure 4.1.b présente un zoom sur la zone où l'évolution de la contrainte est linéaire par rapport à la déformation. Le module d'élasticité est calculé à partir d'une régression linéaire sur la partie linéaire de ces courbes. Le tableau 4.1 fournit les valeurs de module d'Young identifiées, et les résistances à rupture. Six essais ont été réalisés afin de donner une valeur plus statistique de ces grandeurs.

Type d'éprouvette	$E_x$ (GPa)	$R_m$ (MPa)
L8	$10.66 \pm 0.58$	$103.6 \pm 4.5$

Tableau 4.1 – Résultats des essais de traction avec extensomètre pour des échantillons lin/époxy de 8 plis

#### 4.2.1.2 Exploitation des mesures de champs

La technique d'extensométrie mécanique permet d'obtenir des mesures précises de déformation, mais cette technique, du moins avec l'appareil dont nous disposons, ne permet que de mesurer les déformations selon l'axe de traction. Or, si l'on souhaite déterminer des coefficients de Poisson, en particulier hors-plan, il est nécessaire de disposer de mesures selon deux directions. Pour pallier à cet inconvénient, une technique d'extensométrie optique par corrélation d'images a été utilisée afin d'obtenir les informations complémentaires à celles déjà fournies par l'extensomètre. Le dispositif utilisé, présenté au paragraphe 2.4.1 exige l'utilisation de deux appareils-photo (ou caméras), l'un visant la face de l'échantillon, et l'autre visant la tranche de l'échantillon. Ces 2 appareils sont complètement indépendants : cela signifie qu'on ne réalise pas de stéréo-corrélation d'images, mais une double corrélation d'images pour obtenir, sur la face, les déformations selon les axes  $x$  et  $y$ , et sur la tranche, les déformations selon les axes  $x$  et  $z$ .

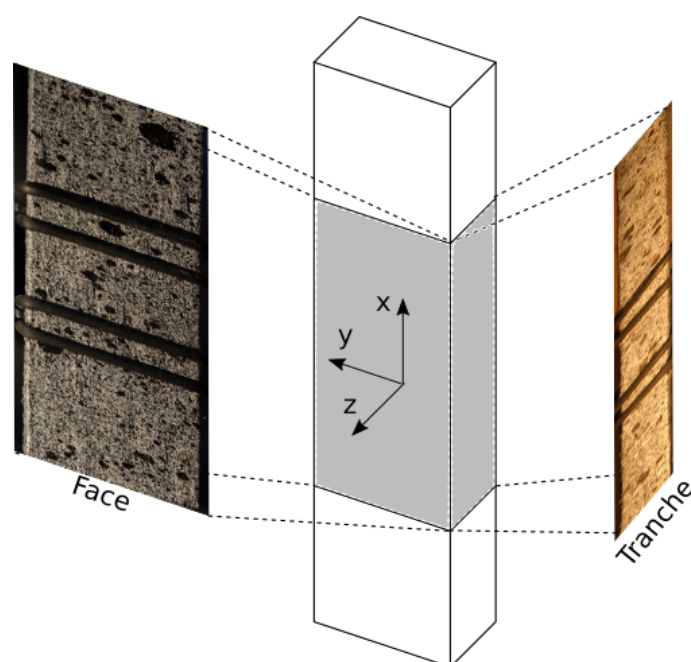


Figure 4.2 – Acquisition des images sur la face et sur la tranche de l'échantillon

La figure 4.2 donne un aperçu du type d'images obtenues au cours des essais de traction. Les traits noirs observables sur les photos sont les élastiques de l'extensomètre. L'aspect tacheté de l'éprouvette, que ce soit sur la face ou sur la tranche, est du au mouchetis de peinture déposé sur sa surface pour pouvoir utiliser la corrélation d'images. Le mouchetis a été réalisé à l'aide de bombes de peinture noire et blanche. Des appareils photo NIKON D500, décrits au paragraphe 2.3.1, ont été utilisés au cours des premiers essais de traction [218].

La technique de corrélation d'images associée au logiciel 7D, développé par P. Vacher au laboratoire SYMME, a été exploitée à de nombreuses reprises et a montré son efficacité, notamment pour les matériaux métalliques [186, 188, 219]. En raison des très faibles niveaux de déformation dans le domaine élastique des matériaux composites et les matériaux étudiés ici en particulier (inférieurs à 0.5%), l'utilisation de cette technique doit être optimisée, puisqu'elle peut présenter des défauts et être source d'erreurs plus importantes qu'avec un extensomètre mécanique. C'est pour cette raison que, dans ce paragraphe, seuls des essais sur le composite lin/époxy 8 plis (L8) ont été réalisés, pour mettre au point le protocole expérimental.

Pour ces essais, la fréquence d'acquisition des images avec les appareils photo a été fixée à 2 images/s, ce qui correspond à la fréquence maximale d'acquisition des appareils. Les deux appareils sont synchronisés entre eux. Afin de déterminer les meilleures conditions d'analyse par corrélation d'images, plusieurs analyses d'images ont été réalisées sur les mêmes jeux d'images, en modifiant les dimensions de la grille et des motifs (figure 4.3). Comme expliqué au paragraphe 2.3.2, ces deux paramètres peuvent influencer notablement les résultats de la corrélation d'images numérique. Pour l'étude, les pas de grille et les tailles de motif varient entre  $16 \times 16$  pixels et  $128 \times 128$  pixels.

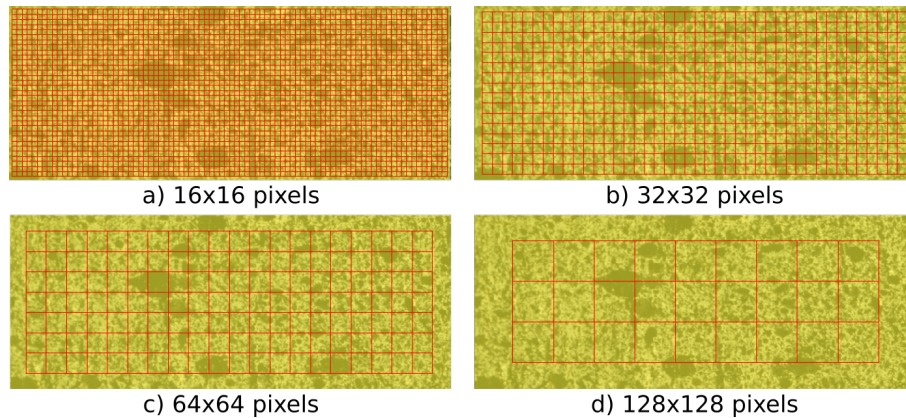


Figure 4.3 – Dimensions des pas de grilles et des motifs (a)  $16 \times 16$  pixels, b)  $32 \times 32$  pixels, c)  $64 \times 64$  pixels et d)  $128 \times 128$  pixels)

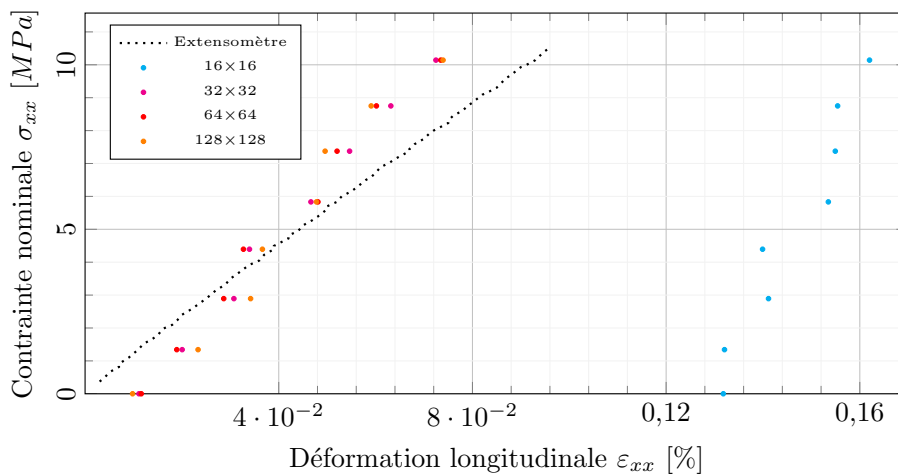


Figure 4.4 – Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale obtenues lors d'un essai de traction sur un échantillon L8 par extensométrie mécanique et par DIC avec différents paramètres

La figure 4.4 présente les courbes contrainte/déformation longitudinale obtenues en déterminant la déformation à l'aide de l'extensomètre mécanique ou par corrélation d'images numériques avec les différentes tailles de motifs. Le choix de la taille de motif de  $16 \times 16$  pixels donne des résultats très éloignés de ceux obtenus avec l'extensomètre ainsi qu'avec les autres dimensions de motif. Cela s'explique par une dimension trop faible ne permettant pas d'identifier correctement les taches de peinture. Comme cela peut être observé sur la figure 4.3, des motifs de  $128 \times 128$  pixels semblent trop gros et réduisent la quantité d'informations pouvant être récupérées. Enfin, les motifs de  $32 \times 32$  et  $64 \times 64$  semblent être les plus intéressants. En raison de la taille des taches qui peut être assez important, le choix de la taille du motif s'est porté sur  $64 \times 64$  pixels, puisqu'il

donne des informations suffisamment nombreuses et peut prendre en compte des taches assez grandes.

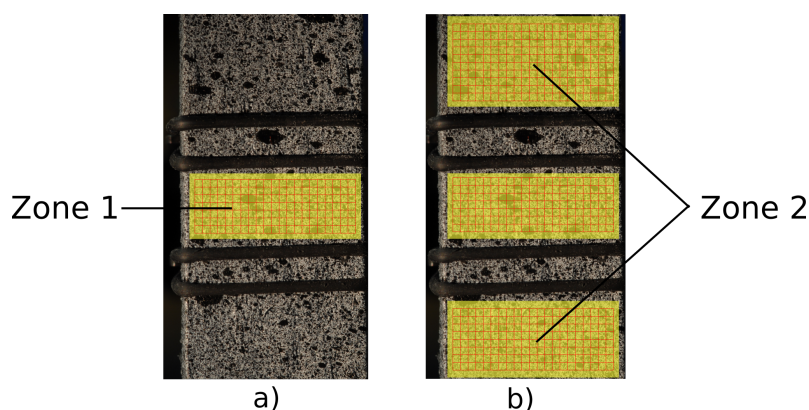


Figure 4.5 – Dimensions des zones d'analyses : a) zone 1 et b) zones 1+2

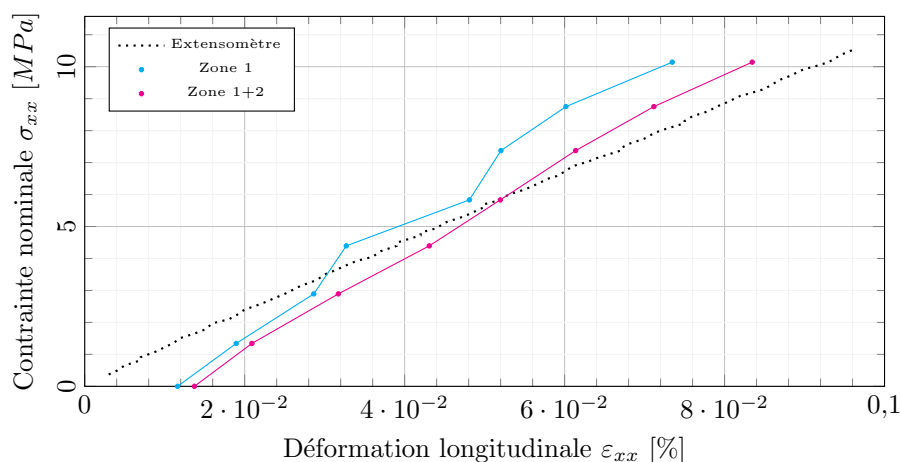


Figure 4.6 – Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale obtenues par extensométrie mécanique et par corrélation d'images réalisée sur les zones 1 et 1+2

En plus de la taille des motifs et des pas de grille, la taille de la zone étudiée peut également avoir une influence sur les résultats. C'est pour cette raison que deux zones d'analyse différentes ont été comparées (figure 4.5). La zone 1 (figure 4.5.a) correspond à la surface située entre les deux élastiques de l'extensomètre. La seconde zone d'analyse étudiée correspond à la zone 2 (surfaces situées au-dessus et en-dessous des élastiques de l'extensomètre) ajoutée à la zone 1 (figure 4.5.b). La figure 4.6 montre les résultats obtenus en déterminant les déformations longitudinales sur ces deux zones. Les résultats de l'extensomètre sont également indiqués à titre indicatif. Il est mis en évidence que les résultats obtenus en étudiant les zones 1+2 sont plus linéaires que ceux obtenus en n'étudiant que la zone 1, et ils sont également plus proches des résultats de l'extensomètre.

Avec une taille de motif de  $64 \times 64$  pixels et une zone d'analyse suffisamment grande (zone 1+2), les résultats sont comparables à ceux obtenus par extensométrie mécanique lorsque les déformations sont supérieures à 0.05%. Les écarts entre les résultats de l'extensomètre et de l'analyse d'image obtenus pour les plus faibles déformations peuvent être expliqués par la qualité du mouchetis, le dispositif d'acquisition d'images utilisé, l'absence de synchronisation entre les appareils photo et la machine de traction...



Des essais de traction ont été réalisés sur 3 éprouvettes différentes sans extensomètre mais avec la présence des appareils photo pour pouvoir faire de la corrélation d'images. La figure 4.7 montre la contrainte nominale en fonction des déformations longitudinales calculées dans le premier cas à l'aide des images de la face d'un échantillon, et dans le second cas, des images de la tranche de ce même échantillon, pour le même essai. On constate que les résultats sont assez proches, alors que les résultats proviennent de deux jeux d'images différents. La technique s'avère être relativement fiable, malgré des sources multiples d'erreur.

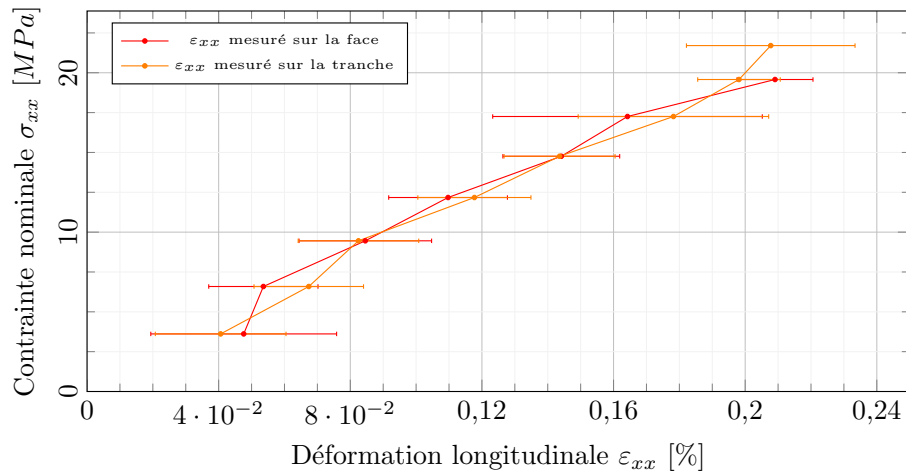


Figure 4.7 – Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale calculées avec les images de la tranche et celles de la face pour l'échantillon L8-1

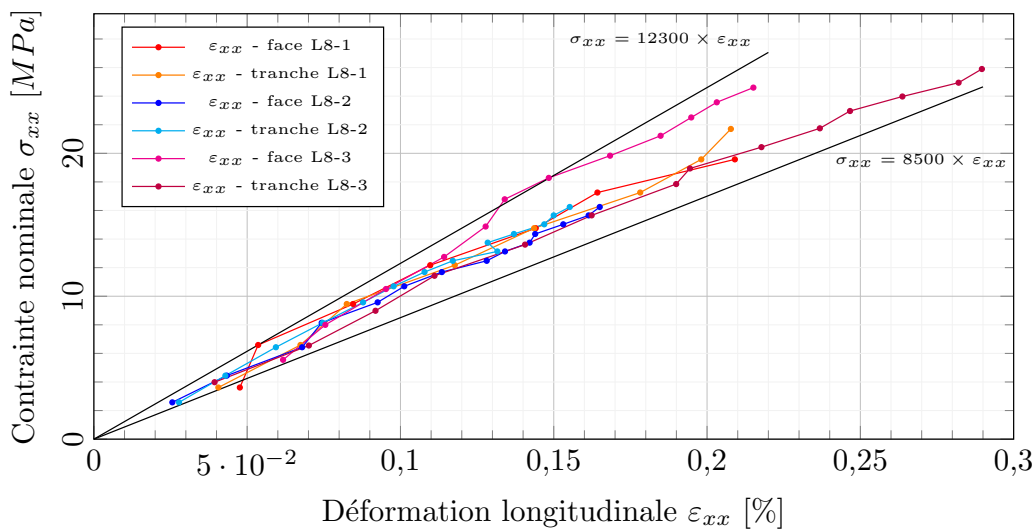


Figure 4.8 – Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale des éprouvettes L8-1, L8-2 et L8-3 avec la déformation déterminée par corrélation d'images sur la face et la tranche et évaluation du module d'Young entre 8.5 et 12.3 GPa

Afin d'avoir une valeur statistique du module d'élasticité, trois essais différents ont été réalisés. La figure 4.8 présente les courbes contrainte/déformation issues de ces différents essais. Le module d'Young est calculé à partir des valeurs minimales et maximales des pentes des droites fitant les résultats. Ils fournissent un module dont les valeurs oscillent entre 8.5 GPa et 12.3 GPa. On constate, à l'exception des images de la face de l'éprouvette 3, une bonne répétabilité des mesures.

En faisant une régression linéaire sur chaque ensemble de données obtenues par DIC, on obtient les valeurs de module d'Young indiquées dans le tableau 4.2 pour les éprouvettes L8-1, L8-2 et L8-3.

Eprouvette	L8-1		L8-2		L8-3		
Vue	Face	Tranche	Face	Tranche	Face	Tranche	Moyenne
<b>Module d'Young (GPa)</b>	8.88	9.43	9.26	10.13	12.25	8.58	9.75

Tableau 4.2 – Modules d'Young déterminés à partir de la corrélation d'images

En comparaison, la moyenne du module d'Young obtenue avec l'extensomètre est de 10.66 GPa. Si l'on considère la valeur minimale et la valeur maximale des modules d'Young identifiés par analyse d'images, l'erreur commise au regard de cette valeur de 10.66 GPa est de 16%, mais la moyenne des résultats est plus proche de cette valeur avec une erreur de 8.5%.

En plus de pouvoir déterminer le module d'Young, l'analyse d'images permet de déterminer les coefficients de Poisson. Leurs expressions sont données au paragraphe 2.4.1.3 dans les équations 2.14. Leur identification se fait en utilisant respectivement les images de la face et de la tranche, puisque cette technique permet d'obtenir non seulement les déformations longitudinales, mais également les déformations transverses.

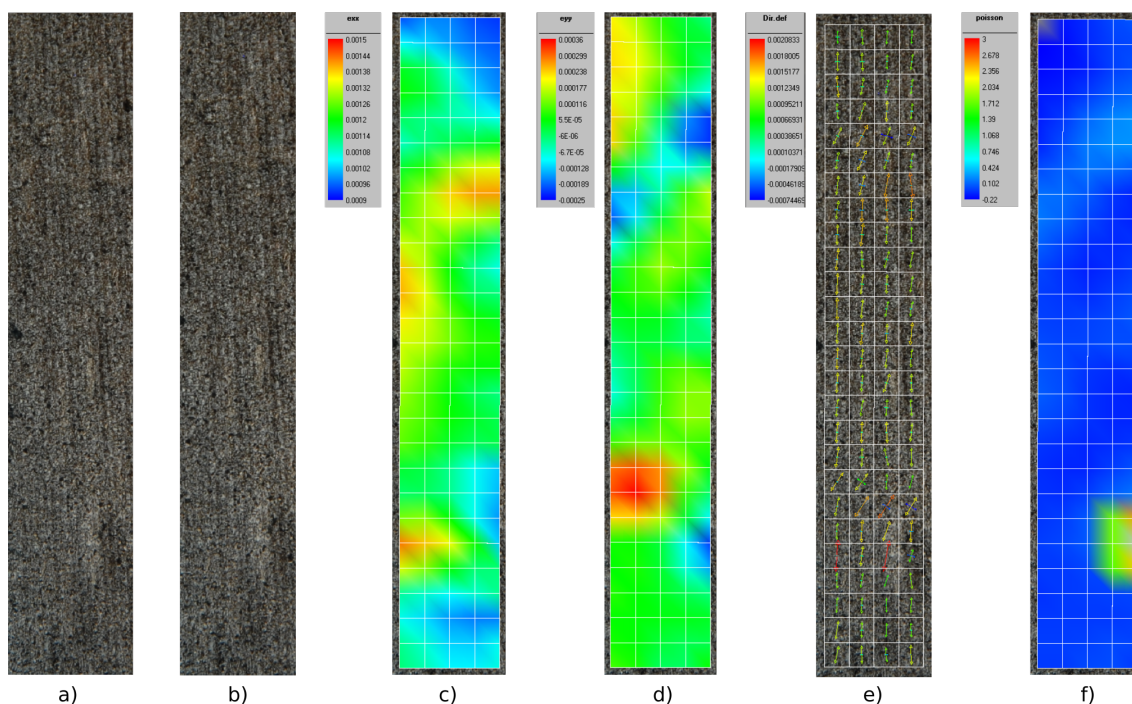


Figure 4.9 – Analyse d'images sur la face d'un échantillon : a) Image initiale, b) Image analysée, c) déformations longitudinales  $\epsilon_{xx}$ , d) déformations transverses  $\epsilon_{yy}$ , e) directions des déformations et f) calcul du coefficient de Poisson à partir des déformations

La figure 4.9 donne un exemple de résultat obtenu par corrélation d'images. L'image 4.9.a) correspond à l'image initiale qui sert de base de comparaison. L'image 4.9.b) est une autre image

de l'échantillon à un instant  $t$ . A partir de la comparaison entre ces deux images, il est possible de déterminer les déformations longitudinales (image 4.9.c) et transverses (image 4.9.d) ainsi que leurs directions (image 4.9.e). Une fois toutes ces informations réunies, le coefficient de Poisson  $\nu_{xy}$  peut être calculé, comme en atteste l'image 4.9.f).

En pratique, pour chaque image, une carte de déformations est obtenue, puisque la déformation est mesurée en chaque nœud de la grille. Cette information locale est ensuite moyennée sur toute la zone d'analyse de l'image, permettant ainsi de connaître les déformations moyennes dans la direction de traction et dans la direction transverse pour chaque image. Il est à noter que cette méthode se base sur l'hypothèse que la déformation est constante dans la zone utile de l'éprouvette. Les deux déformations moyennes sont ensuite reportées en abscisse sur un graphe, avec la contrainte en ordonnée, comme préconisé par la norme ASTM D638 [220]. Lorsqu'il y a proportionnalité entre la contrainte et chacune des déformations, une régression linéaire est effectuée sur chaque courbe et le coefficient de Poisson est déterminé en faisant le ratio entre les deux coefficients directeurs (au signe près). Les résultats des mesures des coefficients de Poisson sont donnés dans le tableau 4.3.

Eprouvette	L8-1	L8-2	L8-3
$\nu_{xy}$	0.10	-	0.42
$\nu_{xz}$	0.33	0.75	0.33

Tableau 4.3 – Coefficients de Poisson déterminés à partir de l'analyse par corrélation d'images non optimisée

Comme le montre le tableau 4.3, les résultats obtenus pour les coefficients de Poisson par DIC ne sont pas probants et la technique employée nécessite d'être affinée. En effet, les valeurs des déformations transverses sont très petites et le dispositif utilisé ne permet pas de les déterminer correctement.

#### 4.2.1.3 Amélioration de la qualité du mouchetis et des images pour une meilleure exploitation des mesures de champs

Comme on a pu le voir précédemment, les résultats obtenus pour le module d'Young avec la technique de DIC sont cohérents, malgré une différence encore importante avec les résultats obtenus par extensométrie. Néanmoins, les résultats permettant d'obtenir les coefficients de Poisson ont été beaucoup moins convaincants. Plusieurs études ont montré que l'utilisation d'un mouchetis plus fin et le changement des dispositifs de prise de vue permettent d'obtenir de bien meilleurs résultats [221–223]. Ce sont ces pistes que nous avons choisi d'explorer pour réduire la dispersion des résultats, en développant un nouveau mouchetis mieux adapté et en utilisant des caméras microscopes à la place des appareils photo. Ce nouveau dispositif permet, par la même occasion, d'obtenir plus de points puisque l'acquisition passe de 2 images par seconde à 1 image par seconde. Ce travail a fait l'objet du stage au laboratoire SYMME de Titouan Cronier en 2017 [224].

Afin d'améliorer le mouchetis de peinture, il a été décidé de ne plus utiliser les bombes de peinture pour faire le mouchetis. Il est possible de trouver diverses alternatives à la peinture dans la bibliographie [225]. Notre choix s'est porté sur l'utilisation de poudres (magnétite, talc, oxyde de fer ou pigments) associées à un solvant (éthanol ou eau), déposés sur l'échantillon à l'aide d'un aérographe.

Plusieurs mélanges ont été testés. Le résultat des mélanges testés est montré sur la figure 4.10. Le mouchetis (a) correspond à un mélange de pigments jaunes et bleus avec de l'éthanol. Les pigments utilisés se mélangent et créent des zones trop unicolores, ce qui ne correspond pas à nos critères. De plus, ces particules sont trop épaisses, conduisant à des taches trop larges. Le mouchetis (b) est quant à lui réalisé à partir d'oxyde de fer et d'éthanol. Malgré une finesse des particules intéressantes, le mouchetis créé est beaucoup trop sombre pour pouvoir faire une analyse d'images. Enfin, le mouchetis (c) est un mélange de talc et d'oxyde de fer, associé à de l'éthanol. Grâce au rajout du talc, certaines zones du mouchetis sont plus claires et les niveaux de gris sont beaucoup plus variés que précédemment. De plus, la finesse des pigments permet d'obtenir des taches assez fines. La figure 4.11 montre la comparaison entre ce mouchetis et le mouchetis de peinture réalisé avec les bombes de peinture pour le même niveau de zoom de la caméra. La finesse du mouchetis optimisé est bien meilleure, et ce nouveau mouchetis a par conséquent été choisi pour réaliser les essais de traction.

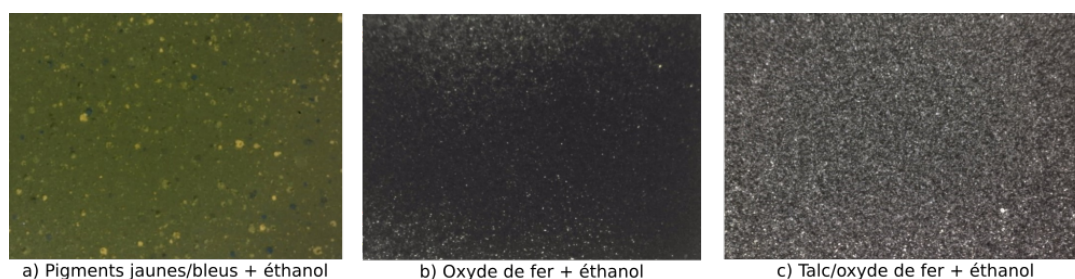


Figure 4.10 – Mouchetis obtenus à partir des différents mélanges testés : a) pigments jaunes/bleus + éthanol, b) oxyde de fer + éthanol et c) talc/oxyde de fer + éthanol

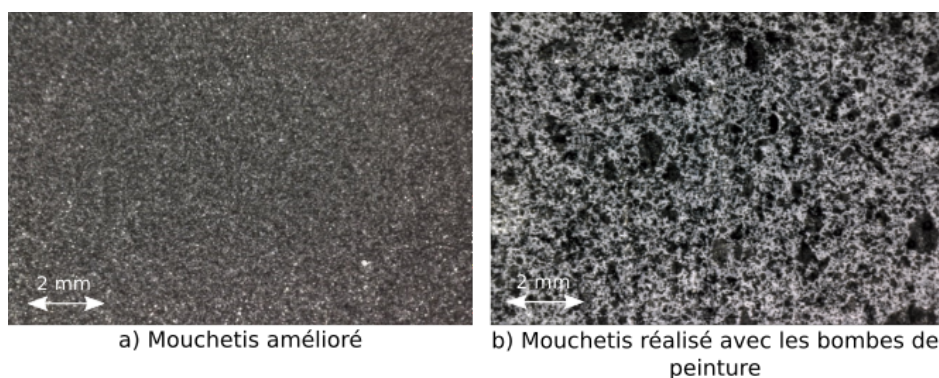


Figure 4.11 – Comparaison du mouchetis optimisé (a) et du mouchetis réalisé avec les bombes de peinture (b)

Actuellement, seulement un essai avec ce type de mouchetis a pu être réalisé sur un échantillon lin/époxy de 8 plis. Pour vérifier la robustesse de la nouvelle technique, l'essai a été réalisé sur une éprouvette non représentative des échantillons L8 de la thèse, c'est-à-dire avec un taux volumique de fibres non compris entre 29 et 31%. Ce dernier avait un taux de fibres de 26.3% et les résultats présentés ne donnent donc qu'un aperçu des propriétés élastiques du composite. Il sera donc nécessaire de faire plus d'essais par la suite pour valider les résultats obtenus, et sur des éprouvettes avec un bon taux volumique de fibres. Pour simplifier les premiers calculs, les images étudiées ont un pas de temps de 5 s entre elles.

La figure 4.12 donne les courbes contrainte/déformation obtenues lors de l'essai avec les deux

différentes techniques, c'est-à-dire l'extensométrie mécanique et la corrélation d'images. Les résultats obtenus par corrélation d'images correspondent plutôt bien à ceux obtenus par extensométrie. En effet, le module d'Young déterminé par extensométrie mécanique est de 8.83 GPa, tandis que celui obtenu par DIC est de 8.44 GPa, soit une erreur de seulement 4.4%.

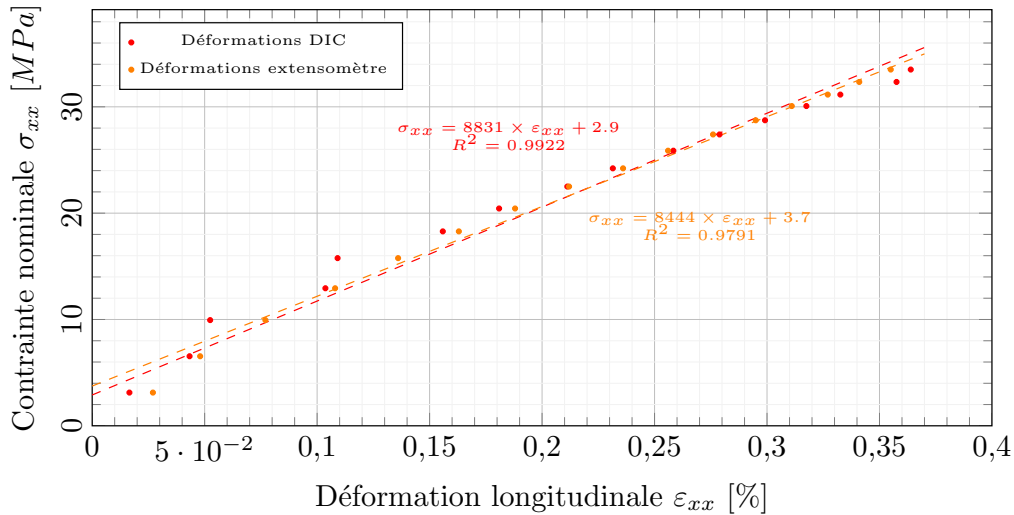


Figure 4.12 – Détermination du module d'Young par extensométrie mécanique et par corrélation d'images

La figure 4.13 montre l'évolution de la contrainte nominale en fonction des déformations longitudinales  $\varepsilon_{xx}$  et transverses  $\varepsilon_{yy}$  obtenues par corrélation d'images (DIC). Le coefficient directeur de chacune des pentes est déterminé et récupéré, et le ratio des deux est fait (au signe près) afin de déterminer le coefficient de Poisson  $\nu_{xy}$ . La valeur de ce dernier ici est de 0.24, ce qui se rapproche beaucoup plus des valeurs de la littérature [35] que les résultats trouvés précédemment, ainsi que de son estimation obtenue lors des essais de flexion 3 points.

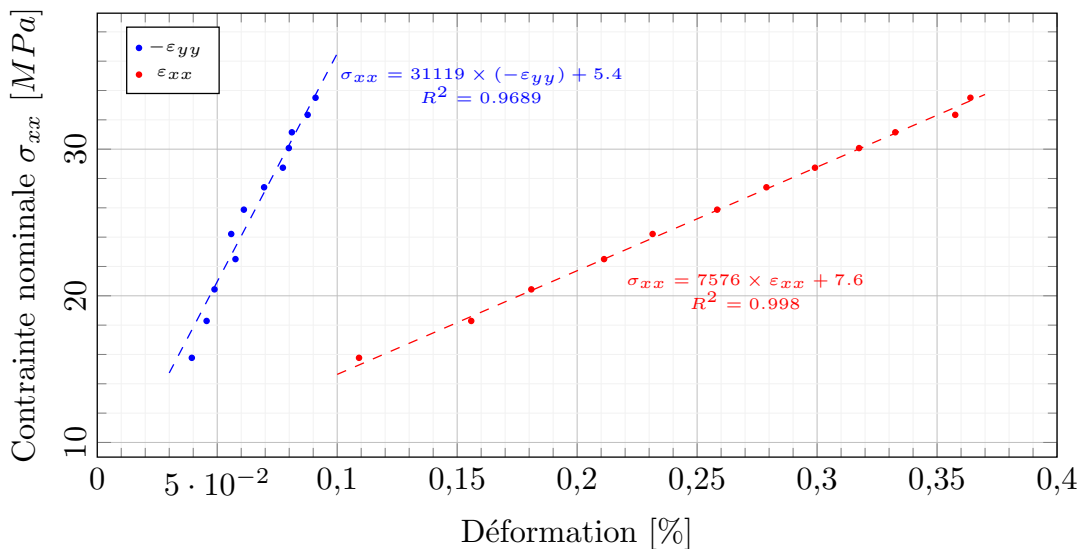


Figure 4.13 – Détermination du coefficient de Poisson en traçant la contrainte en fonction des déformations  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xx}$  obtenues par corrélation d'images

D'après ces derniers résultats, il semble que l'amélioration du mouchetis couplée au chan-



gement de matériel d'acquisition d'images ait fait ses preuves. En effet, les résultats sur le module d'Young sont très prometteurs et le coefficient de Poisson déterminé est également cohérent. D'autres essais sont cependant nécessaires afin de vérifier la robustesse de cette technique. De plus, les essais sur la tranche n'ont pas été réalisés, et il serait intéressant de connaître le coefficient de Poisson  $\nu_{xz}$ . Il reste néanmoins plusieurs améliorations à réaliser, comme par exemple synchroniser l'acquisition des images avec l'acquisition des données brutes de la machine de traction.

## 4.2.2 Flexion 3 points quasi-statique

Des essais de flexion 3 points ont également été réalisés sur des éprouvettes non impactées. Ils permettent notamment, à partir d'un essai simple, de déterminer l'évolution des propriétés mécaniques et l'influence de l'impact ou de différentes autres sollicitations sur le matériau.

Au cours des essais de flexion, on peut récupérer des courbes représentant la force en fonction de la déflexion (dans le cas de cette étude, la déflexion correspond au déplacement de la traverse). A partir de ces courbes, le module de flexion peut être déterminé, tout comme la contrainte à rupture.

### 4.2.2.1 Comportement des composites lin/époxy en flexion 3 points quasi-statique

Les essais de flexion 3 points ont été réalisés sur des échantillons de chaque épaisseur. Les échantillons testés avaient deux formes différentes. Les premiers échantillons testés sont des bandes rectangulaires avec une surface de  $120 \times 20$  mm (la longueur étant découpée dans la direction de l'infusion) et une épaisseur variant selon le nombre de plis. Les calculs réalisés sur ces éprouvettes peuvent se faire directement avec les équations 2.27 et 2.28 indiquées dans le chapitre 2 puisque ce sont des échantillons de type poutre. Le second type d'échantillons testés correspond à des plaques carrées ayant une longueur de 120 mm, identiques à celles dédiées aux tests d'impact. Dans ce cas, la théorie des poutres ne peut plus être appliquée, et les équations appropriées pour les plaques sont les équations 2.25 et 2.26. Cependant, pour des raisons de simplification évoquées dans la partie 2.4.3.2, les équations utilisées pour les plaques par la suite pour l'analyse des essais de flexion 3 points sont les équations 2.27 et 2.28.

La figure 4.14 montre un exemple de courbe force/déflexion obtenue lors d'un essai de flexion 3 points. Une non-linéarité est généralement présente au début de la courbe, correspondant au moment où la traverse n'est pas complètement en contact avec l'échantillon. Une zone linéaire est repérée entre les valeurs de déflexion  $s_1$  et  $s_2$  puis la force continue de croître jusqu'à atteindre la valeur  $F_{max}$ , valeur récupérée pour calculer la contrainte à rupture à l'aide de l'équation 2.27.

Le ratio  $\frac{\Delta F}{\Delta s} = \frac{F_2 - F_1}{s_2 - s_1}$  de l'équation 2.28 est calculé en choisissant les valeurs de  $s_1$  et  $s_2$  telles que :

$$s_1 = \frac{L^2 \varepsilon_1}{6e} \text{ avec } \varepsilon_1 = 0.0005 \quad (4.1)$$

et

$$s_2 = \frac{L^2 \varepsilon_2}{6e} \text{ avec } \varepsilon_2 = 0.0025 \quad (4.2)$$

avec les valeurs de force  $F_1$  et  $F_2$  correspondantes, comme indiqué dans la norme ISO 178 [226] concernant la détermination des propriétés de flexion.

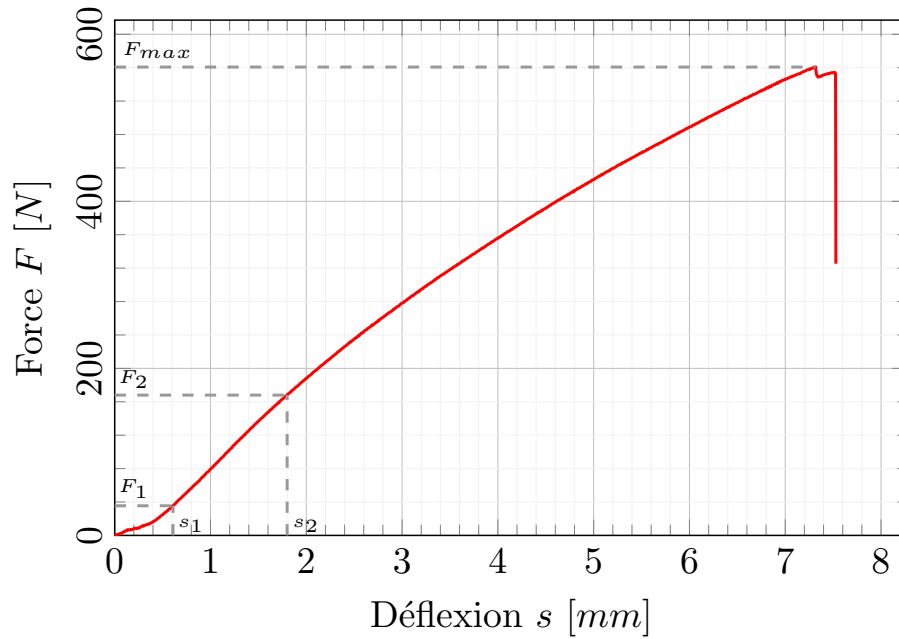


Figure 4.14 – Courbe force/déflexion issue d'un essai de flexion 3 points (échantillon bande L8)

Les résultats obtenus pour les essais réalisés sur les échantillons sains de lin/époxy de 4, 6 et 8 plis sont indiqués dans le tableau 4.4, de même que les résultats des essais réalisés sur les échantillons de verre/époxy de 4, 6 et 8 plis. Ces données constituent une référence pour pouvoir déterminer l'influence des impacts couplés aux différents vieillissements sur les matériaux étudiés.

Type d'échantillon	Forme	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
L4	Bande	$111.2 \pm 7.2$	$7.84 \pm 0.79$
L6	Bande	$123.9 \pm 7.6$	$7.91 \pm 0.82$
L8	Bande	$137.1 \pm 5.2$	$8.70 \pm 0.53$
L4	Plaque	$106.0 \pm 9.6$	$7.33 \pm 0.78$
L6	Plaque	$118.6 \pm 7.6$	$7.95 \pm 0.95$
L8	Plaque	$131.1 \pm 6.3$	$8.01 \pm 0.98$

Tableau 4.4 – Résultats des essais de flexion pour des échantillons lin/époxy de 4, 6 et 8 plis sans vieillissement ni impact

#### 4.2.2.2 Comportement des composites verre/époxy en flexion 3 points quasi-statique

En parallèle aux essais sur le lin/époxy, des tests ont également été réalisés sur les échantillons verre/époxy afin de déterminer l'influence de l'impact à 10 J sur ce matériau, et établir une comparaison entre les composites à fibres de verre et ceux à fibres de lin. Les résultats obtenus lors des essais de flexion sur les échantillons sains sont donnés dans le tableau 4.5. Ces résultats seront comparés plus loin avec ceux obtenus après un impact de 10 J, dans le cadre du scénario 1. Les propriétés mécaniques de ces matériaux sont particulièrement importantes et sont beaucoup plus élevées que celles obtenues dans le cas du lin. En effet, les valeurs de contrainte à rupture et de module sont entre 2 à 3 fois plus importantes que celles obtenues avec les composites lin/époxy.



Néanmoins, il est très important de tenir compte de la fraction volumique de fibres présentes dans le matériau, puisque les échantillons verre/époxy contiennent environ 57% de fibres de verre, tandis que les échantillons lin/époxy n'en contiennent que 30%, soit à peine plus de la moitié.

Type d'échantillon	Forme	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
V4	Plaque	231.8 ± 9.9	17.76 ± 1.01
V6	Plaque	364.9 ± 8.6	20.36 ± 0.17
V8	Plaque	390.6 ± 8.8	20.73 ± 0.31

Tableau 4.5 – Résultats des essais de flexion pour des échantillons verre/époxy de 4, 6 et 8 plis sans vieillissement ni impact

### 4.2.3 Fatigue en flexion 3 points

Les résultats ont été obtenus pour des niveaux de contrainte maximale imposée correspondant à environ 70% de la contrainte à rupture des matériaux, pour 4, 6 et 8 plis. La figure 4.15 présente les résultats correspondant à la contrainte normalisée ( $\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{rupture}}$ ) en fonction du nombre de cycles à rupture. On constate peu de différences entre les différentes épaisseurs. À l'origine, il était prévu de faire des essais de fatigue pour différents niveaux de contrainte afin de déterminer les courbes de Wöhler des échantillons lin/époxy. Néanmoins, en raison d'un problème avec la machine, les résultats n'ont été obtenus que pour des niveaux de contrainte maximale imposée correspondant à environ 70% de la contrainte à rupture des matériaux, pour 4, 6 et 8 plis. Ces résultats restent par conséquent restreints et il serait nécessaire de réaliser des essais supplémentaires afin de déterminer leur comportement de manière rigoureuse.

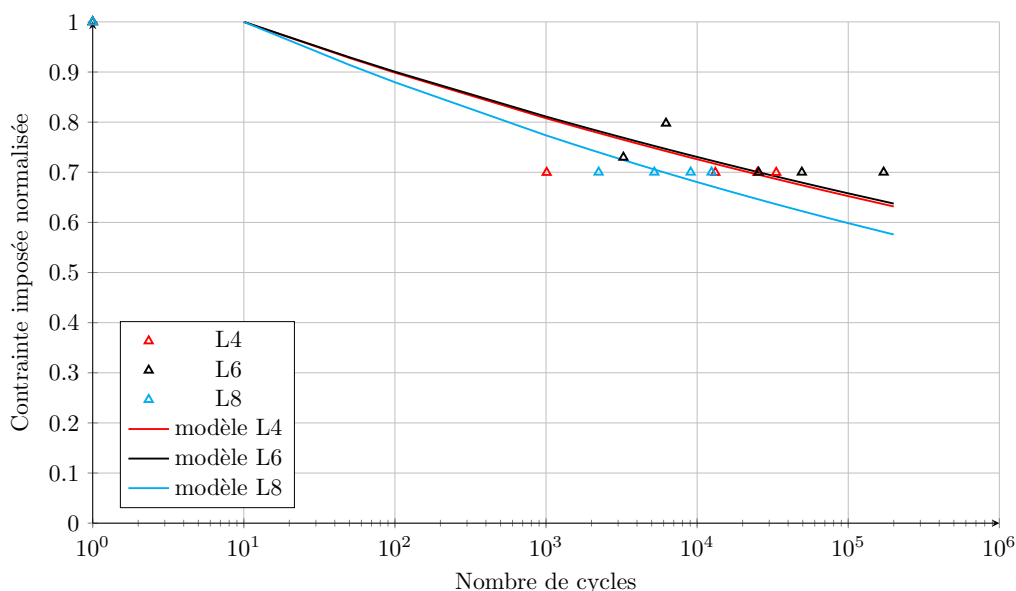


Figure 4.15 – Résultats des essais de fatigue réalisés sur des échantillons de lin/époxy de 4, 6 et 8 plis et modèles de comportement

En théorie, une courbe de Wöhler est divisée en deux domaines : le domaine oligocyclique, et le domaine polycyclique, contenant lui-même deux sous-domaines (domaine d'endurance limitée,

et domaine d'endurance illimitée) [227, 228]. Dans le premier domaine, les ruptures surviennent après un petit nombre de cycle et sont généralement causées par la rupture des fibres au sein du matériau. Le domaine d'endurance limitée correspond quant à lui à une zone de transition où la rupture des fibres a de moins en moins d'influence, et c'est la fissuration matricielle qui prend l'ascendant. Dans ce domaine, les ruptures interviennent pour un nombre fini de cycle. De plus, c'est dans ce domaine que la valeur de contrainte maximale diminue le plus rapidement en fonction du nombre de cycles. Enfin, le domaine d'endurance illimitée correspond à la zone où la durée de vie est considérée comme infinie, et se caractérise par une asymptote horizontale. La figure 4.16 illustre ces différentes zones.

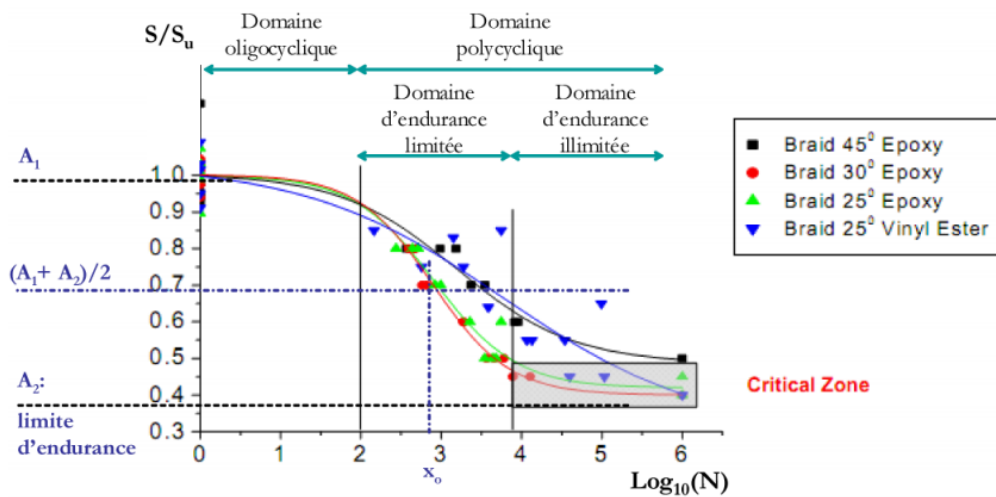


Figure 4.16 – Courbes de Wöhler avec les trois domaines de fatigue sur des composites à fibres tressées [227, 228]

Les résultats obtenus dans le cadre des essais réalisés ici correspondent au domaine d'endurance limitée. Plusieurs modèles existent pour décrire ce domaine, et notamment le modèle de Basquin [229, 230], qui se formule de la façon suivante :

$$\log(N) = \log(C) - m \log\left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{rupture}}\right) \quad (4.3)$$

où  $N$  est le nombre de cycles à rupture, et les variables  $C$  et  $m$  sont des paramètres dépendant des matériaux. Ce modèle a été choisi en raison de sa simplicité et également de sa précision. Il est d'ailleurs, avec le modèle de Wöhler ( $\log(N) = A + B\left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{rupture}}\right)$  avec  $A$  et  $B$  des constantes), régulièrement utilisé dans les études de fatigue pour ces mêmes raisons [51, 231].

En fatigue, le domaine oligocyclique est plus ou moins long. Dans le cas des matériaux métalliques, il est de l'ordre de 50000 cycles. Dans le cas des composites, il est beaucoup plus court, et se situe généralement entre 10 et 1000, comme cela a été montré dans diverses études [198]. Dans le cadre de cette étude, le modèle a été tracé en supposant que la zone oligocyclique se situe au niveau de la dizaine de cycles (figure 4.15), et donne une première approximation du comportement en fatigue des matériaux étudiés. Cependant, en l'absence de résultats expérimentaux supplémentaires, cela ne constitue qu'une première approximation et ces résultats doivent être traités avec précautions.

### 4.3 Caractérisation post-impact

A l'issue des essais d'impact, ainsi que des sollicitations préalables aux impacts telles que de la fatigue ou des vieillissements réalisées dans le cadre des scénarios, il est nécessaire de déterminer leurs propriétés mécaniques résiduelles. Pour cela, des essais de flexion post-impact ont été réalisés, permettant de faire la comparaison entre les résultats obtenus sur les matériaux non sollicités et sur les matériaux ayant subi les différents scénarios. Cela permet de connaître l'influence de chacune des sollicitations, et également de déterminer quels sont les scénarios les plus sévères au niveau de la perte de propriétés mécaniques. Ces essais ont aussi été réalisés sur les échantillons verre/époxy dans le but de déterminer leur perte de propriété causée par l'impact et de la comparer à celle des échantillons lin/époxy. Des essais de fatigue en flexion post-impact ont également été faits afin de déterminer les nouveaux cycles de vie des échantillons, une fois qu'ils ont subi les diverses sollicitations des scénarios (seulement pour les scénarios 1 et 2 pour cet essai).

#### 4.3.1 Flexion après impact

Pour caractériser les échantillons après impact, le choix s'est principalement porté sur la flexion après impact. En effet, l'essai généralement utilisé pour l'analyse post-impact est la compression après impact, mais cette dernière méthode présente quelques inconvénients. Les matériaux impactés perdent une grande partie de leur rigidité après l'impact, et cela peut créer un flambage important au cours de cet essai, ce qui n'est pas autorisé dans la norme concernant la CAI (ASTM D7136) [88]. L'utilisation des essais de flexion après impact sont une bonne alternative pour évaluer les performances du matériau après l'impact, puisque l'impact sur des composites à base de fibres de lin crée des fissures dans l'épaisseur qui affectent leur résistance en flexion. De plus, l'utilisation de cette technique nous permet de faire des comparaisons entre les résultats sur des échantillons sains et sur des échantillons impactés.

##### 4.3.1.1 Flexion post-impact dans le cadre du scénario 1

Comme montré dans le chapitre 3, les échantillons de chaque épaisseur ont été impactés à différentes énergies dans le cadre du scénario 1. A la suite de cet impact, les échantillons ont ensuite été testés en flexion 3 points afin de déterminer les propriétés résiduelles des matériaux en fonction de l'énergie d'impact. Les contraintes à rupture et modules de flexion ont par conséquent été calculés dans chacun des cas. Les résultats sont indiqués dans le tableau 4.6 et les courbes présentées sur les figures 4.17 et 4.18 représentent respectivement l'évolution des contraintes à rupture normalisées et des modules de flexion normalisés en fonction de l'énergie d'impact pour chaque épaisseur.

L'évolution de la contrainte à rupture résiduelle en fonction de l'énergie d'impact semble être similaire pour les 3 épaisseurs. Le premier niveau d'impact (5 J) diminue déjà de façon conséquente la valeur de la contrainte à rupture (allant d'une perte de 21%, dans le cas du 8 plis, à 31%, dans le cas du 4 plis). La valeur de la contrainte diminue ensuite plus légèrement, jusqu'à se stabiliser et tendre vers une valeur limite (sauf dans le cas de L4I où on n'observe pas de stabilisation). Il est à noter que dans les 3 cas, la valeur de la contrainte résiduelle après perforation se situe autour de 50% de la valeur de contrainte sur un matériau sain.

En ce qui concerne le module résiduel, on peut noter une diminution rapide au début, suivie d'une légère stabilisation (bien observable dans le cas du 8 plis en particulier), puis à nouveau une diminution, qui sont bien visibles pour le 4 et 8 plis. Le module diminue moins fortement que la contrainte, mais on peut néanmoins noter qu'il perd déjà entre 10 et 18% de sa valeur (selon l'épaisseur) dès le premier niveau d'impact à 5 J. La valeur du module après perforation se situe

Echantillon	Nombre de plis	Energie d'impact (J)	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
L4	4	0	106.0 ± 9.6	7.33 ± 0.78
L4I5J	4	5	73.1 ± 1.5	6.13 ± 0.13
L4I7.5J	4	7.5	62.4	5.59
L4I10J	4	10	52.2 ± 1.4	4.22 ± 0.53
L6	6	0	118.6 ± 7.6	7.95 ± 0.95
L6I5J	6	5	90.3 ± 4.5	6.68 ± 0.07
L6I10J	6	10	80.0 ± 4.0	6.12 ± 0.27
L6I15J	6	15	60.7 ± 4.9	5.37 ± 0.40
L6I20J	6	20	60.2 ± 2.4	5.45 ± 0.21
L8	8	0	131.1 ± 6.3	8.01 ± 0.98
L8I5J	8	5	102.9 ± 16.0	7.22 ± 0.85
L8I10J	8	10	89.4 ± 13.1	6.34 ± 0.67
L8I15J	8	15	80.7 ± 7.5	6.04 ± 0.25
L8I20J	8	20	76.3 ± 10.8	6.11 ± 0.71
L8I25J	8	25	71.1 ± 4.6	5.74 ± 0.24
L8I30J	8	30	75.4 ± 10.3	5.60 ± 0.18
L8I34J	8	34	70.1 ± 7.9	5.17 ± 0.43

Tableau 4.6 – Résultats des essais de flexion en fonction des énergies d'impact et du nombre de plis (échantillons L4, L6 et L8)

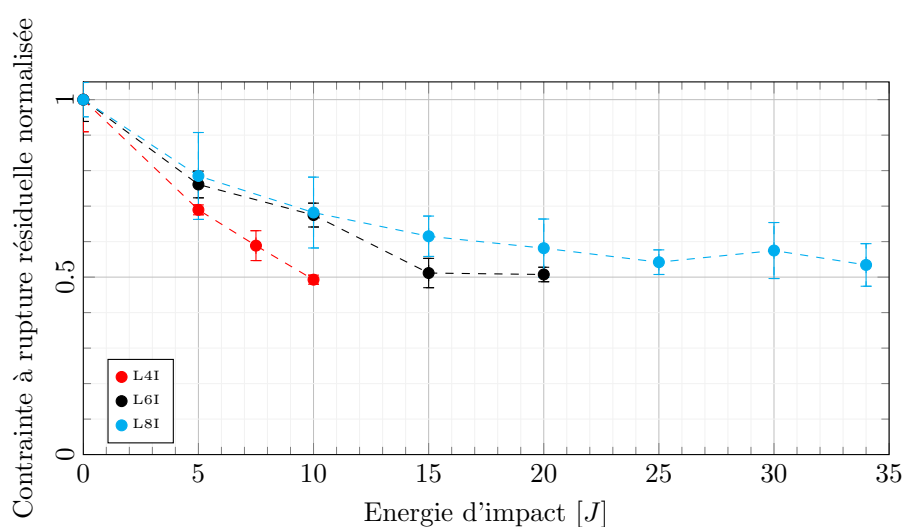


Figure 4.17 – Evolution de la contrainte à rupture résiduelle normalisée en fonction de l'énergie d'impact pour les échantillons L4, L6 et L8

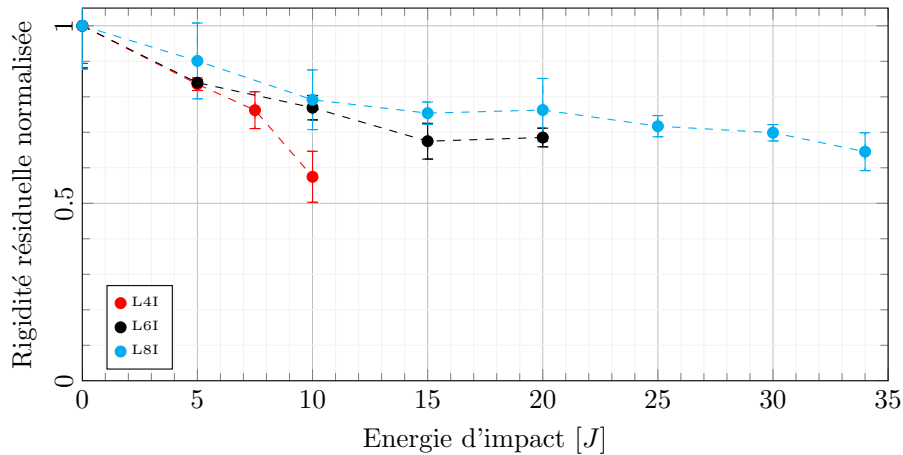


Figure 4.18 – Evolution du module résiduel normalisé en fonction de l'énergie d'impact pour les échantillons L4, L6 et L8

donc entre 57 et 69% de sa valeur sans impact. La valeur après perforation du 6 plis apparaît supérieure à celle obtenue pour le 8 plis, probablement en raison d'une perforation moins "nette".

En plus de ces résultats, des essais similaires ont été réalisés sur les composites verre/époxy ayant été impactés avec une énergie de 10 J afin d'étudier l'évolution du comportement en flexion après l'impact. Les résultats de ces essais sont donnés dans le tableau 4.7.

Type d'éprouvette	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
V4	$231.8 \pm 9.9$	$17.76 \pm 1.01$
V4I-10J	$172.6 \pm 8.5$	$15.07 \pm 0.93$
V6	$364.9 \pm 8.6$	$20.36 \pm 0.17$
V6I-10J	$279.9 \pm 8.1$	$19.47 \pm 0.57$
V8	$390.6 \pm 8.8$	$20.73 \pm 0.31$
V8I-10J	$353.0 \pm 8.5$	$20.71 \pm 0.26$

Tableau 4.7 – Résultats des essais de flexion post-impact pour les composites verre/époxy après un impact de 10 J

#### 4.3.1.2 Flexion post-impact dans le cadre du scénario 2

Les résultats présentés dans ce paragraphe ont fait l'objet d'une communication au cours d'une conférence [232]. Des essais de flexion 3 points ont été réalisés sur des échantillons ayant subi une fatigue en flexion 3 points (3000 cycles entre 7 et 70% de la contrainte à rupture du matériau, et avec les mêmes paramètres que ceux utilisés dans la partie 4.2.3) et un impact de 10 J. Les résultats obtenus au cours de ces essais sont consignés dans le tableau 4.8.

Dans le cadre de ces essais, il est important de noter que l'énergie d'impact était de 10 J, mais la masse de l'impacteur utilisée (2 kg) n'était pas la même que celle utilisée lors des autres essais et scénarios (3 kg dans le reste des cas). La hauteur de chute était donc plus importante et a donc conduit à une vitesse d'impact également plus élevée ( $v \simeq 3.2$  m/s au lieu de  $v \simeq 2.6$  m/s). Pour pouvoir comparer correctement les résultats, des essais ont également été réalisés sur des

Type d'éprouvette	Masse impact (kg)	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
L4I-10J	3	52.2 ± 1.4	4.22 ± 0.53
L4I-10J	2	57.5 ± 8.6	5.12 ± 1.78
L4FI-10J	2	43.8 ± 7.99	3.68 ± 0.19
L6I-10J	3	80.0 ± 4.0	6.12 ± 0.27
L6I-10J	2	86.2 ± 2.2	6.98 ± 0.13
L6FI-10J	2	77.1 ± 5.0	6.35 ± 0.09
L8I-10J	3	89.4 ± 13.1	6.34 ± 0.67
L8I-10J	2	99.5 ± 5.5	7.03 ± 0.22
L8FI-10J	2	96.9 ± 7.5	6.45 ± 0.96

Tableau 4.8 – Résultats des essais de flexion post-impact dans le cadre du scénario 2 pour les échantillons L4, L6 et L8

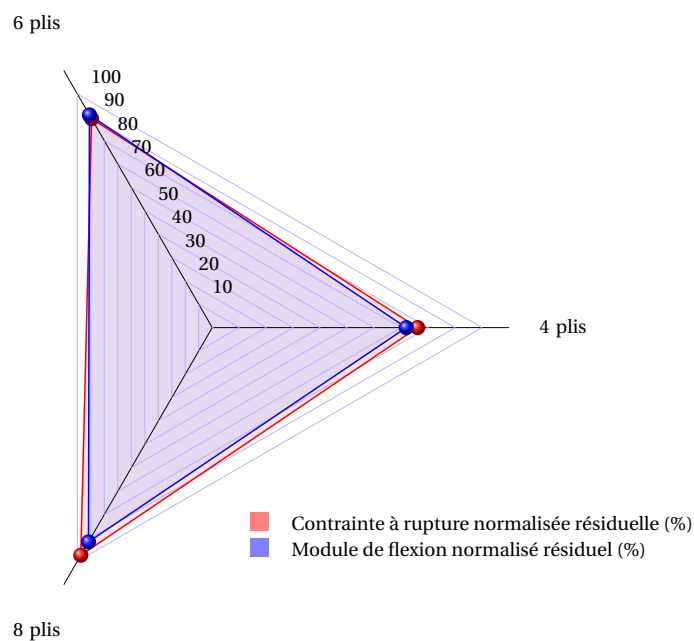


Figure 4.19 – Comparaison des propriétés de flexion (contrainte et module) résiduelles des échantillons L4, L6 et L8 fatigués puis impactés à 10 J, normalisées par les propriétés des échantillons non fatigués impactés à 10 J

plaques non fatiguées et impactées à 10 J avec ces mêmes paramètres. Les résultats affichés dans le tableau 4.8 montrent les différences de résultats obtenus selon la masse utilisée pour les essais d'impact. Comme on peut l'observer, l'influence d'un impact avec une masse plus faible est moins importante et les propriétés en flexion sont meilleures. D'autres auteurs ont montré ce phénomène [70,233], comme Sugun et al., qui ont étudié l'influence de la masse pour le même niveau d'énergie sur des impacts sur des composites verre/époxy, et qui montrent que pour des impacteurs plus lourds, les endommagements apparaissent plus tôt.

En comparant les résultats de flexion pour les échantillons non fatigués et fatigués impactés à 10 J avec une masse d'impacteur de 2 kg, on peut constater l'influence de la fatigue sur le comportement du matériau post-impact. C'est notamment vrai dans le cas du 4 plis où la diminution des propriétés en raison de la fatigue est particulièrement notable, la contrainte à rupture passant de 57.49 MPa dans le cas des échantillons non fatigués à 43.75 MPa (diminution de 24%) pour les échantillons fatigués. De même, le module est fortement réduit, avec une diminution de l'ordre de 28%. Dans le cas du 6 plis, la diminution des propriétés est également observable, même si elle est moins importante que pour le 4 plis. Ainsi, la contrainte à rupture diminue de 11% et le module diminue de 9%. Enfin, pour le 8 plis, l'influence de la fatigue est assez faible, avec une contrainte à rupture qui baisse de moins de 3% et le module qui diminue un petit peu plus fortement, soit de 8%. La figure 4.19 montre l'évolution des paramètres de flexion avec le scénario 2 (fatigue et impact à 10 J) par rapport à l'impact seul (avec une masse de 2 kg), en représentant les ratios des contraintes et modules obtenus dans le cadre du scénario 2 et ceux obtenus pour un impact de 10 J.

#### 4.3.1.3 Flexion post-impact dans le cadre du scénario 3

Type d'éprouvette	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
L4I-10J	52.2 ± 1.4	4.22 ± 0.53
L4H9I-10J	43.9 ± 4.9	3.07 ± 0.21
L6I-10J	80.0 ± 4.0	6.12 ± 0.27
L6H9I-10J	60.2 ± 1.1	3.44 ± 0.08
L8I-10J	89.4 ± 13.1	6.34 ± 0.67
L8H9I-10J	70.0 ± 3.1	3.21 ± 0.20

Tableau 4.9 – Résultats des essais de flexion post-impact dans le cadre du scénario 3 pour les échantillons L4, L6 et L8

Les essais de flexion post-impact des échantillons vieillis dans l'eau puis impactés avec une énergie de 10 J se situent à la fin du scénario 3, et font partie des essais de caractérisation. Le vieillissement dans l'eau des matériaux et les paramètres de diffusion ont été déterminés dans le paragraphe 2.5.1, et leur comportement à l'impact a été étudié dans le chapitre 3, dans le paragraphe 3.4.1. Les propriétés résiduelles de ces matériaux ont ensuite été analysées grâce aux essais de flexion.

Les résultats obtenus lors de ces essais sont indiqués dans le tableau 4.9, où ils sont comparés avec les résultats obtenus pour les éprouvettes non vieilles après un impact de 10 J. La figure 4.20 montre l'évolution des paramètres de flexion avec le scénario 3 (vieillissement dans l'eau et impact à 10 J) par rapport à l'impact seul, en représentant les ratios des contraintes et modules obtenus



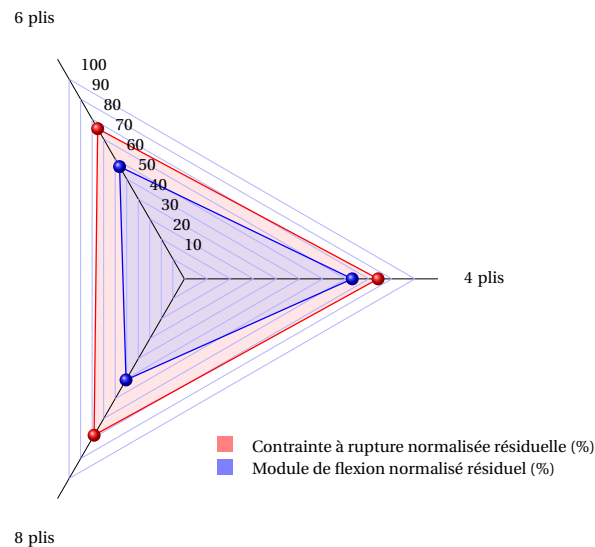


Figure 4.20 – Comparaison des propriétés de flexion (contrainte et module) résiduelles des échantillons L4, L6 et L8 vieillies dans l'eau puis impactées à 10 J, normalisées par les propriétés des échantillons non vieillies impactés à 10 J

dans le cadre du scénario 3 et ceux obtenus pour un impact de 10 J.

Les résultats obtenus en flexion après impact montrent que le vieillissement hydrique des échantillons a une nette influence sur les propriétés des matériaux et altère de manière significative leurs propriétés. Le 4 plis est toutefois le moins perturbé par le vieillissement hydrique, en raison de la sévérité de l'impact de 10 J qui prédomine. En effet, cette énergie est proche de l'énergie de perforation du 4 plis, lui conférant par conséquent des propriétés déjà fortement amoindries par rapport au matériau sain. Néanmoins, on peut constater que la présence d'eau affaiblit les propriétés des zones non affectées par l'impact, plus éloignées du centre de l'éprouvette et qui permettent à l'échantillon de conserver une certaine rigidité lors des essais de flexion. Pour ce qui est des plaques de 6 et 8 plis, les contraintes à rupture diminuent respectivement de 25 et 22%, tandis que les modules baissent de 44% pour le 6 plis et 49% pour le 8 plis. Les échantillons perdent ainsi près de la moitié de leur rigidité en raison de la présence d'eau.

#### 4.3.1.4 Flexion post-impact dans le cadre du scénario 4

Type d'éprouvette	Contrainte à rupture (MPa)	Module de flexion (GPa)
L4I-10J	52.2 ± 1.4	4.22 ± 0.53
L4VI-10J	59.0 ± 5.2	4.24 ± 0.35

Tableau 4.10 – Résultats des essais de flexion post-impact dans le cadre du scénario 4 pour les échantillons L4

Enfin, dans le cadre du dernier scénario, des échantillons lin/époxy avec une épaisseur de 4 plis ont été vieillies naturellement pendant 220 jours, puis impactés avec une énergie d'impact de

10 J, avant d'être caractérisés en flexion 3 points post-impact. Le vieillissement a été étudié au paragraphe 2.5.2 du chapitre 2, et l'impact de ces échantillons a été analysé dans le chapitre 3 au paragraphe 3.4.2. Les résultats de ces essais sont donnés dans le tableau 4.10.

D'après les résultats, le vieillissement naturel ne semble pas avoir particulièrement affecté les matériaux, et cela confirme ce qui a déjà été observé dans le paragraphe 3.4.2. En effet, le module n'a pas varié, et la contrainte à rupture des échantillons vieillis est supérieure à celle obtenue pour les échantillons non vieillis. Ce résultat étrange peut s'expliquer par la variabilité des propriétés des plaques, et laisse à penser que les propriétés de ces mêmes plaques devraient être les mêmes si elles n'avaient pas été vieillis et impactées avec une énergie de 10 J.

#### 4.3.1.5 Synthèse des résultats de flexion post-impact et comparaison des 4 scénarios

Les précédents paragraphes ont présenté les résultats obtenus pour les essais de flexion 3 points réalisés après les 4 différents scénarios. Ce paragraphe vise à comparer les résultats de ces scénarios entre eux, et par rapport à un matériau sain. Pour cela, tous les résultats obtenus avec des essais d'impact réalisés avec une énergie de 10 J sont comparés entre eux. Dans le cas du scénario 2, où la masse de l'impacteur n'était pas la même que pour les autres essais, on suppose que la comparaison entre les échantillons du scénario 2 et du scénario 1 pour une masse d'impacteur  $m_1 = 2$  kg est la même que celle entre des échantillons du scénario 2 et du scénario 1 avec une masse d'impacteur  $m_2 = 3$  kg. Autrement dit, on suppose que, pour les contraintes à rupture  $\sigma_{max}$  et les rigidités  $K$  :

$$\frac{\sigma_{max}^{Sc.2}(m_1)}{\sigma_{max}^{Sc.1}(m_1)} = \frac{\sigma_{max}^{Sc.2}(m_2)}{\sigma_{max}^{Sc.1}(m_2)} \text{ et } \frac{K^{Sc.2}(m_1)}{K^{Sc.1}(m_1)} = \frac{K^{Sc.2}(m_2)}{K^{Sc.1}(m_2)} \quad (4.4)$$

Dans cette partie, les résultats sont normalisés par rapport à la contrainte à rupture et le module de flexion des échantillons non impactés, pour mieux visualiser l'influence de l'impact ainsi que de la fatigue et des vieillissements. Les résultats obtenus (contrainte à rupture et module de flexion) sont présentés sous la forme d'histogrammes (figures 4.21 et 4.22).

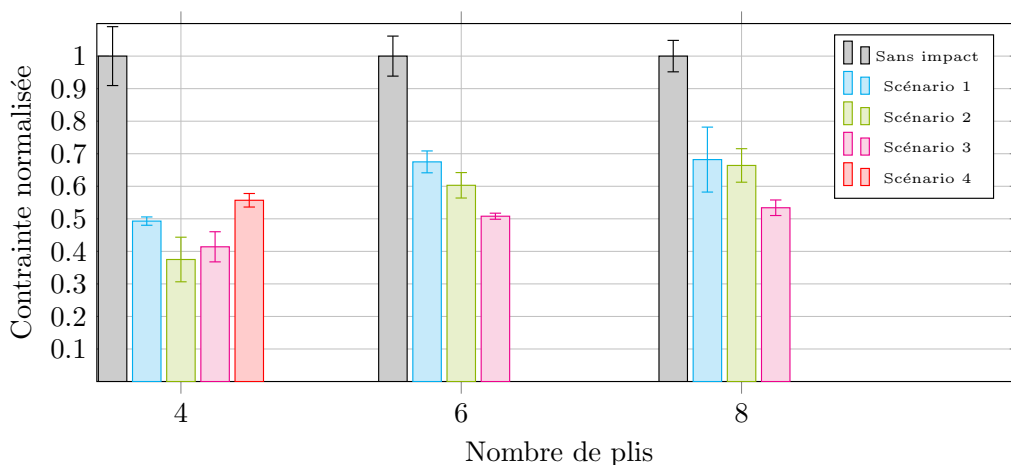


Figure 4.21 – Comparaison des contraintes à rupture en flexion 3 points des échantillons lin/époxy après les 4 différents scénarios en fonction du nombre de plis (Sc1=Impact; Sc2=Fatigue/Impact; Sc3=Immersion/Impact; Sc4=Vieillissement naturel/Impact)

En étudiant l'histogramme des contraintes à rupture donné sur la figure 4.21, on note que les scénarios les plus sévères sont le scénario 3 (Immersion/Impact) et le scénario 2 (Fatigue/Impact).

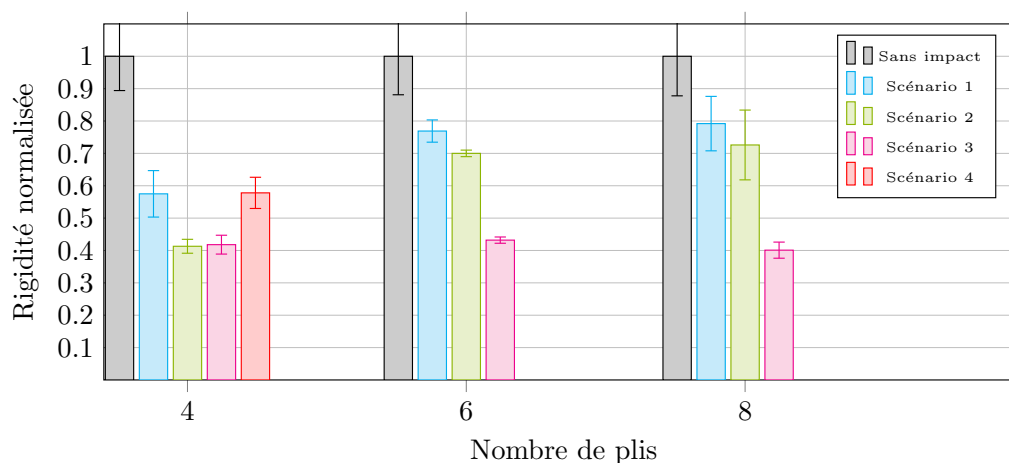


Figure 4.22 – Comparaison des modules de flexion des échantillons lin/époxy après les 4 différents scénarios en fonction du nombre de plis (Sc1=Impact; Sc2=Fatigue/Impact; Sc3=Immersion/Impact; Sc4=Vieillissement naturel/Impact)

En étudiant le comportement du 4 plis, il est intéressant de constater que le scénario 2 a plus d'influence que le scénario 3, malgré un vieillissement hydrique particulièrement sévère pour le matériau. Il semble que la sévérité de l'impact à 10 J pour le 4 plis prédomine, et la fatigue ou les vieillissements ne rajoutent qu'une petite partie des dégradations du matériau. D'autre part, il est possible que la fatigue préalable à l'essai d'impact conduise à la présence de fissures dans le matériau et implique une propagation plus importante des dégradations au cours de l'impact. Le scénario 4 (Vieillissement naturel/Impact), quant à lui, présente des résultats très similaires à ceux obtenus lors du scénario 1, montrant que ces matériaux semblent avoir la capacité de vieillir naturellement sans pour autant perdre leurs propriétés. Cependant, Badji et al. [172] ont obtenu des résultats différents lors de leur étude du vieillissement naturel de composites chanvre/époxy en montrant une dégradation des propriétés mécaniques. De plus, les vieillissements accélérés réalisés sur des composites à base de fibres de lin ont également montré des altérations des propriétés mécaniques [181, 182]. Néanmoins, les conditions dans cette étude n'étaient pas les mêmes, avec notamment un climat différent et des échantillons orientés vers le Nord. Ces derniers ont donc été soumis à de moins hautes températures et ont moins été soumis aux rayonnements UV, ce qui peut expliquer le fait qu'ils aient bien résisté au vieillissement. En ce qui concerne les échantillons de 6 et 8 plis, le comportement est assez similaire au 4 plis, et le scénario 3 dégrade plus les matériaux que le scénario 2, qui se rapproche des résultats du scénario 1 au fur et à mesure que le nombre de plis augmente. Cela s'explique par le fait que plus le nombre de plis est élevé, moins l'impact à 10 J endommage le matériau. Les dégradations éventuellement présentes en raison de la fatigue ne sont pas suffisamment sollicitées par l'impact pour se propager de manière significative.

Les résultats obtenus au niveau du calcul des modules de flexion (figure 4.22) ont la même tendance que les résultats précédents. On peut noter des pertes de modules en % moins importantes que celles des contraintes pour les scénarios 1, 2 et 4. Dans le cadre des essais sur le 4 plis, les résultats du scénario 2 et du scénario 3 sont équivalents, et comme cela a également été vu en contrainte, les modules calculés pour le scénario 4 sont les mêmes que ceux calculés pour le scénario 1, montrant à nouveau que le vieillissement naturel n'a pas affecté les propriétés mécaniques des échantillons. Pour les échantillons de 6 et 8 plis, la tendance est également similaire, avec le scénario 3 qui est le plus impactant, suivi du scénario 2 puis du scénario 1. Néanmoins, on peut noter que la valeur du module est particulièrement affectée par les impacts, et encore plus par le vieillissement hydrique. En effet, il a été montré dans la partie 4.3.1.3 que les modules obtenus dans le cadre du scénario 4 étaient presque 2 fois moins élevés que ceux obtenus pour le scénario

1. Ce type de vieillissement est par conséquent particulièrement sévère et doit être pris en compte si on souhaite travailler avec ce type de matériaux.

### 4.3.2 Etude du comportement en fatigue

En plus des essais de flexion 3 points statique post-impact, des essais de fatigue ont également été réalisés sur les échantillons impactés. Malheureusement, comme expliqué dans le paragraphe 4.2.3, des problèmes survenus sur la machine de fatigue ne nous ont pas permis de réaliser tous les essais, et ces derniers se sont donc limités à l'analyse post-impact des échantillons testés dans le cadre des scénarios 1 et 2. De plus, les analyses ont été faites uniquement sur des échantillons impactés avec une énergie de 10 J, et en utilisant la plus petite masse ( $m_1$ ) donc une hauteur de chute et une vitesse d'impact plus élevées que dans le cadre des autres essais présentés pour une énergie d'impact de 10 J. Le choix de la contrainte maximale appliquée sur les échantillons après impact se situait également autour de 70% de la contrainte à rupture des échantillons impactés. Les essais de flexion réalisés ont permis de déterminer l'évolution du nombre de cycles à rupture en fonction de l'endommagement subi par les matériaux en amont, causé par l'impact et éventuellement la fatigue pré-impact dans le cas du scénario 2. La figure 4.23 présente les points obtenus pour les différents essais réalisés en fatigue, et les courbes obtenues sans impact sont également tracées pour comparaison. Le modèle de Basquin a aussi été appliqué au comportement des échantillons endommagés par les scénarios 1 ou 2 afin d'avoir une idée de leur comportement. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux déjà obtenus dans le cadre des essais de flexion statique. En effet, la résistance des matériaux diminue fortement après l'impact à 10 J, et celle des matériaux testés avec le scénario 2 est encore inférieure, mais reste proche de celle du scénario 1. Les propriétés du 4 plis ont la diminution la plus nette, et l'influence de la fatigue pré-impact est également importante. Cette dernière influence également le comportement du 6 plis, mais de façon moindre, tandis que pour le 8 plis, les résultats sont beaucoup plus proches dans le cas des scénarios 1 et 2.

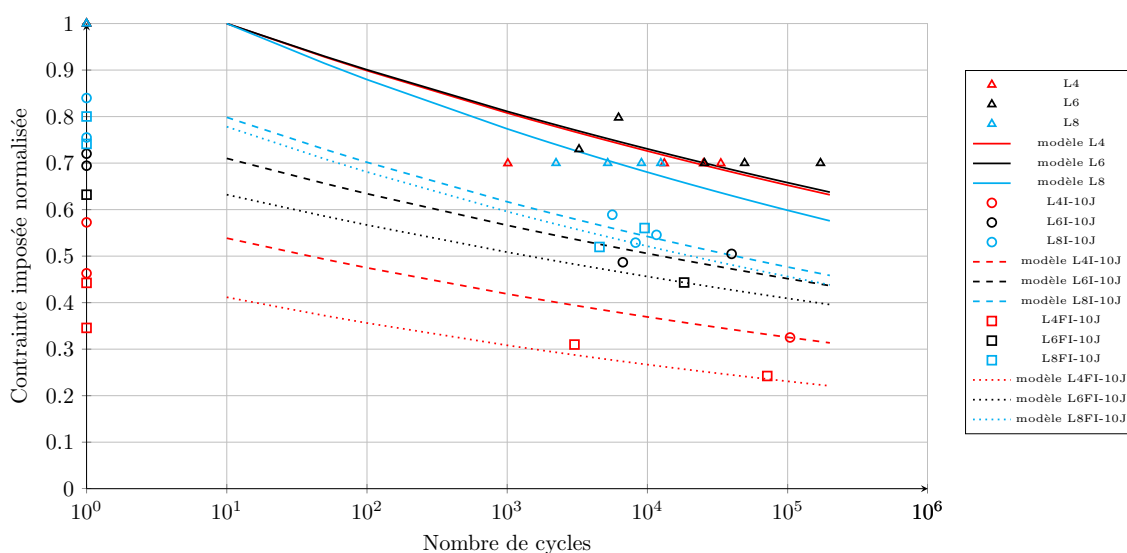


Figure 4.23 – Résultats des essais de fatigue réalisés sur des échantillons de lin/époxy de 4, 6 et 8 plis et modèles de comportement avant impact (L4, L6, L8) et après les scénarios 1 (L4I-10J, L6I-10J, L8I-10J) et 2 (L4FI-10J, L6FI-10J, L8FI-10J)

Les modèles présentés ici se basent sur un faible nombre de points de mesure, et par conséquent, ne sont pas très fiables. Cependant, les données obtenues permettent tout de même de com-

parer les différents comportements des matériaux selon qu'ils aient été non sollicités, impactés ou fatigués puis impactés ainsi qu'en fonction de leur épaisseur. Les valeurs des coefficients  $m$  et  $C$  de l'équation 4.3 obtenues lors des différents essais sont répertoriées dans le tableau 4.11.

Type d'éprouvette	Nombre de plis	Scénario	$m$	$C$
L4	4	-	21.569	$10^1$
L4I-10J	4	Scénario 1	18.305	$10^{-3.920}$
L4FI-10J	4	Scénario 2	15.930	$10^{-5.142}$
L6	6	-	22.002	$10^1$
L6I-10J	6	Scénario 1	20.350	$10^{-2.026}$
L6FI-10J	6	Scénario 2	21.168	$10^{-3.217}$
L8	8	-	17.943	$10^1$
L8I-10J	8	Scénario 1	17.855	$10^{-0.746}$
L8FI-10J	8	Scénario 2	17.245	$10^{-0.878}$

Tableau 4.11 – Valeurs des coefficients du modèle de Basquin (équation 4.3) en fonction de l'épaisseur des échantillons lin/époxy et des scénarios

Le coefficient  $C$  est dépendant de la contrainte à rupture statique de chaque échantillon. Cela signifie que plus sa valeur diminue, plus la contrainte à rupture en statique du matériau est faible, et c'est l'évolution que l'on constate lorsque l'on passe d'un essai sans impact au scénario 1, puis au scénario 2. Cela correspond aux données obtenues au paragraphe 4.3.1. Le paramètre  $m$  est également intéressant, puisqu'il permet de déterminer l'évolution des échantillons en fatigue limitée. Malgré la faible quantité de résultats, on remarque que ce facteur reste le même peu importe le scénario dans le cas du 8 plis, et varie peu dans le cas du 6 plis. Les variations sont un peu plus importantes pour le 4 plis, mais ce type d'échantillon est également celui où les données sont les moins nombreuses. A partir de ces informations, il est raisonnable de supposer que le paramètre correspondant à chaque épaisseur reste le même peu importe la sollicitation préalable à l'essai de fatigue. De plus, plusieurs études obtiennent des résultats similaires sur différents types de matériaux composites (par exemple chanvre/polyester, verre/polyester ou carbone/époxy) lorsqu'il s'agit de fatigue post-impact, que ce soit en traction, en flexion ou en compression [55, 102, 105, 106]. Cela signifie qu'il est normalement possible de déterminer la courbe de Wöhler post-impact de ces matériaux à partir de la contrainte à rupture résiduelle (sur le matériau endommagé par l'impact) et de la courbe de Wöhler du composite sain.

Dans le cas des matériaux étudiés dans le cadre de ces travaux, cela signifie qu'il suffirait de compléter les résultats de l'analyse de la fatigue sur les échantillons sains réalisée au paragraphe 4.2.3 et de les associer aux résultats des essais de traction post-impact obtenus précédemment pour déterminer le comportement en fatigue des échantillons ayant été soumis à différentes énergies d'impact, et éventuellement à différents scénarios. Cela semble se vérifier dans le cas des scénarios 1 et 2, mais il serait nécessaire de faire également des essais sur les matériaux ayant subi les scénarios 3 et 4 pour voir si le comportement en fatigue reste similaire.

## 4.4 Conclusion

Le présent chapitre avait deux objectifs : établir les propriétés mécaniques des composites lin/époxy non sollicités en fonction de leur épaisseur (4, 6 ou 8 plis), et déterminer les modifications de leurs propriétés suite à l'impact et aux différentes sollicitations causées par les différents scénarios. Pour cela, les échantillons sains ont été testés en traction, en flexion statique puis en flexion dynamique. Les vieillissements (dans l'eau et naturel) que certains des échantillons ont subi (scénarios 3 et 4) ont également été analysés dans ce chapitre. Les échantillons ont ensuite été testés post-impact à l'aide d'essais de flexion 3 points statiques et avec des essais de fatigue dans le cadre des scénarios 1 et 2, permettant de déterminer l'évolution de leurs propriétés et l'influence de l'impact. D'autre part, des essais de flexion 3 points sans impact et post-impact ont également été réalisés sur des éprouvettes verre/époxy, afin de permettre une comparaison entre ce matériau et le lin/époxy. Cependant, ces résultats sont à considérer avec précautions puisque les taux volumiques de fibres et les épaisseurs des éprouvettes étaient très différents.

La première partie de ce chapitre a donc permis de déterminer les propriétés mécaniques des composites à fibres de lin avec différents essais. Les essais de traction ont été mis en place afin d'obtenir les modules d'Young et de donner une estimation des coefficients de Poisson dans le cas de L8. Pour cela, deux techniques différentes ont été utilisées. La première a été d'utiliser un extensomètre mécanique, mesurant les déformations longitudinales des éprouvettes testées. La deuxième technique a été d'utiliser des appareils photo dans le but de faire de la corrélation d'images. L'utilisation de cette technique a permis de mesurer non seulement les déformations longitudinales, mais également les déformations transverses, que ce soit sur la face de l'échantillon ou sur son épaisseur. Grâce à ces données, les coefficients de Poisson  $\nu_{yx}$  et  $\nu_{yz}$  ont ainsi pu être estimés. Cette technique a été améliorée au cours du projet et même si les résultats de départ présentaient des erreurs élevées, ces dernières ont été fortement diminuées avec l'amélioration du mouchetis de peinture utilisé et la modification du matériel d'imagerie utilisé.

Après les essais de traction, des essais de flexion 3 points ont également été réalisés dans le but de pouvoir établir une comparaison entre ces résultats et les résultats obtenus en post-impact. Il en a été de même pour les essais de fatigue, où des modèles de comportement ont été utilisés.

Dans la seconde partie de ce chapitre, les 4 scénarios ont été comparés et nous avons montré que pour les matériaux de 6 et 8 plis, le scénario 3 impliquant le vieillissement hydrique est le plus sévère avec de fortes pertes de propriétés. La raison de cette perte de propriétés s'explique par la forte absorption d'eau des matériaux, puisque nous avons observé que les éprouvettes pouvaient prendre entre 7 et 13% de leur masse en eau lors d'un vieillissement hydrique, ce qui est particulièrement important. Cependant, dans le cas du 4 plis, le scénario 3 n'est pas celui qui change le plus les propriétés du matériau. En étudiant les résultats des essais de flexion post-impact, nous avons noté que le 4 plis est le matériau qui perd le moins de ses propriétés durant le scénario 3 par rapport au scénario 1, ce qui peut s'expliquer par le fait que l'impact de 10 J a déjà une forte influence sur cette épaisseur, tandis qu'il représente un impact moins important pour les 6 et 8 plis. Dans le cas du 4 plis, c'est ainsi le scénario 2 qui altère le plus les propriétés du matériau. A noter par ailleurs que le scénario 4 ne semble pas modifier les propriétés des échantillons par rapport au scénario 1. Cela montre que, malgré un vieillissement naturel assez important et visible au travers d'une évolution de l'aspect des éprouvettes, les propriétés mécaniques ne semblent pas être changées.

Enfin, les essais de fatigue réalisés ont permis de donner un premier aperçu du comportement des matériaux en fatigue lorsqu'ils sont sains ou lorsqu'ils ont subi les scénarios 1 et 2. Il semble que les matériaux se comportent en fatigue de la même manière lorsqu'ils sont sains ou lorsqu'ils

ont été impactés, ou encore impactés et fatigués. Cela signifie qu'il est normalement possible de déterminer le cycle de vie de ces matériaux à partir du moment où leur contrainte à rupture en flexion statique est connue et que le comportement en fatigue du même matériau sain est connu.



## Conclusion et perspectives

### Conclusion générale

*L*es matériaux composites à fibres végétales, tissées ou non tissées, sont aujourd'hui recherchés comme alternative aux matériaux à renforts de synthèse pour des applications structurales. Cette étude doctorale vise à apporter une contribution à l'analyse du comportement de matériaux composites à matrice époxy et à renforts tissés sergé 2/2 de lin au cours de l'impact et en post-impact, à différentes étapes de leur cycle de vie. L'objectif avoué est de déterminer la capacité de ces composites à résister à des impacts et d'estimer leurs propriétés résiduelles afin de déterminer si leur utilisation dans le cadre d'applications structurales est pertinente. Le procédé d'infusion sous vide est utilisé pour l'élaboration des matériaux de l'étude.

La présente étude a consisté en premier lieu à développer une synthèse bibliographique des différents travaux sur les matériaux composites à fibres végétales au regard de leur comportement mécanique à l'impact et en post-impact. L'enjeu est de taille : la fibre végétale, réputée pour ses propriétés amortissantes dans les domaines vibrationnels, est appelée à rendre compte de sa capacité éventuelle à absorber des chocs en environnements extrêmes de vieillissements (hydriques et naturels).

Une part importante du travail qui a été entrepris a porté sur l'impact des matériaux composites à fibres de lin. Une tour de chute instrumentée de capteurs (accéléromètre et capteur de force) a été spécialement conçue, développée et mise au point. Une des originalités du dispositif est de pouvoir observer la face opposée à l'impact de l'échantillon au moyen de deux caméras rapides au cours de l'essai. Un post-traitement des séquences d'images enregistrées a été réalisé afin de suivre l'initiation et l'évolution des fissures, en particulier lors de la déflexion maximale de l'impact. Par ailleurs, les séquences d'images ont également permis d'étudier et de mieux comprendre les phénomènes d'endommagement apparaissant au cours de l'impact. Une technique d'analyse par stéréo-corrélation d'images numériques a été utilisée afin de calculer les profils de déflexion des échantillons à différents instants matérialisés sur la courbe d'impact. Sur cette base, trois types d'impact ont été étudiés : l'impact sans perforation, l'impact avec amorce de perforation et l'impact avec perforation totale, en particulier à différents instants correspondant à des points caractéristiques de la courbe force/déflexion. Les impacts ont été réalisés sur les matériaux à différentes phases de leur cycle de vie. Ainsi, certains lots d'échantillons ont préalablement subi de la fatigue cyclique (scénario 2), un vieillissement hydrique (scénario 3) particulièrement sévère ou un vieillissement naturel (scénario 4) avant d'être impactés avec une énergie de l'ordre de 10 Joules. L'étude des impacts obtenus dans le cadre des scénarios 1, 3 et 4 a permis d'estimer l'influence des vieillissements sur le comportement à l'impact des matériaux composites à fibres de lin. Une première comparaison entre les composites à fibres de lin et des composites à fibres de verre sains a également été effectuée.

Une caractérisation mécanique pré et post-impact de ces matériaux a également été réalisée. Ainsi, différents essais de traction permettant de déterminer en particulier les propriétés élastiques se sont focalisés sur le composite lin/époxy avec 8 plis. La technique de corrélation d'images numériques a été mise en œuvre au cours de l'essai de traction afin de déterminer des valeurs de coefficients de Poisson dans le plan et hors-plan. L'originalité des essais entrepris réside dans l'utilisation d'une méthode d'extensométrie optique au moyen de deux appareils photo qui visent respectivement la face et la tranche de l'éprouvette. Une attention toute particulière a été portée à l'optimisation de la finesse du mouchetis déposé à la surface des échantillons, finesse nécessaire pour accroître la précision des mesures et déterminer de manière pertinente les coefficients d'élasticité (module d'Young et coefficient de Poisson). Des essais de flexion 3 points quasi-statique et de fatigue ont également été réalisés sur les matériaux non impactés. Les propriétés mécaniques déterminées au cours de ces essais ont ensuite été comparées à celles obtenues sur les matériaux préalablement endommagés, en suivant les scénarios 1, 2, 3 ou 4.

Au regard des différents résultats obtenus, plusieurs conclusions et/ou enseignements ont été mis en évidence. Les valeurs des énergies de premier endommagement visible et de perforation au cours des essais d'impact ont été déterminées à partir d'une observation post-impact des échantillons. Les premiers endommagements apparaissent pour des énergies entre 0 et 2.5 J pour les composites de 4 et 6 plis, et un peu plus tardivement pour les composites avec 8 plis (entre 3 et 5.5 J). Les énergies de perforation estimées sont respectivement de 15, 22 et 33.7 J. L'analyse des images des impacts a montré que la perforation réelle a lieu pour une énergie plus faible, car les fissures se referment après le rebond de l'impacteur, et les valeurs des énergies de perforation réelle se situent à 10 J pour le 4 plis, 20 J pour le 6 plis et entre 30 et 34 J pour le 8 plis. Plus généralement, les résultats des essais d'impact et les analyses d'images ont montré que l'endommagement des matériaux suite à l'impact était beaucoup moins visible en post-impact qu'à déflexion maximale. Par ailleurs, pour les échantillons vieillis, l'empreinte d'indentation laissée par l'impacteur n'est pas nettement visible. Cela correspond à une problématique bien connue pour les matériaux composites, qui est que lorsque ces matériaux ont subi un endommagement, ce dernier est difficile à détecter, alors que les propriétés mécaniques sont affectées.

La comparaison entre les matériaux composites à fibres de lin et les composites à fibres de verre a montré que malgré des propriétés mécaniques en flexion des composites à fibres de verre supérieures, les composites à fibres de lin peuvent concurrencer ces derniers sur le comportement à l'impact. On restera malgré tout vigilant sur ce point dans la mesure où les taux volumiques de fibres des matériaux testés étaient différents.

L'analyse à l'impact des composites ayant subi les différents scénarios met en évidence que les vieillissements modifient sensiblement la réponse à l'impact des matériaux. Le vieillissement hydrique diminue ainsi notablement la raideur dynamique à l'impact des matériaux vieillis, d'un facteur allant de 1.5 à 2. A l'aide des profils de déflexion obtenus par stéréo-corrélation, il a été montré que la déflexion résiduelle de la face opposée à l'impact des composites vieillis était moindre que celle d'un composite non vieilli, indiquant un processus de propagation des endommagements différente dans les matériaux vieillis. Malgré la diminution de la raideur avec le vieillissement, les matériaux vieillis devenus plus ductiles ont montré leur capacité de résistance à l'impact puisque la charge maximale est peu affectée voire devient supérieure dans certains cas. Les endommagements ou ruptures au niveau de l'interface fibre/matrice dus au gonflement des fibres de lin causé par le vieillissement permettent à la fois d'absorber une partie de l'énergie lors de l'impact et de limiter la propagation du délaminage. Ces précisions, que l'on retrouve dans la littérature, doivent à l'avenir être confirmées par des analyses plus fines à partir d'une campagne couplée entre des essais d'impact et des analyses au Microscope Electronique à Balayage (MEB).

L'analyse post-impact des échantillons montre que même un faible impact sans endommagement macroscopique visible en surface peut conduire à des dégradations internes et pertes de propriétés mécaniques que l'on ne doit pas négliger. Ainsi, un impact avec une énergie de 5 J sur un composite à 8 plis conduit à une perte de contrainte à rupture de 21% et une perte de module de flexion de 10%. Les propriétés se stabilisent ensuite avant de diminuer à nouveau lorsque le niveau d'énergie se rapproche de l'énergie de perforation. Ce comportement en trois stades a également été observé lors de l'analyse de la fissuration des matériaux à déflexion maximale et de la forme des profils de déflexion de la face opposée à l'impact des échantillons. La technique d'analyse d'images employée a permis l'observation et la mesure de l'ouverture réelle des fissures à déflexion maximale, qui est plus importante que celle observée lors d'un examen post-mortem réalisé sur des échantillons après impact.

Par ailleurs, l'analyse du comportement post-impact des matériaux ayant subi de la fatigue ou un vieillissement préalable à l'impact présente une variation plus importante des propriétés. Le scénario 3 impliquant le vieillissement hydrique s'avère être le plus sévère, avec de fortes pertes de propriétés. Cela s'explique par une forte absorption d'eau au cours du vieillissement (supérieure à 10% de leur masse) conduisant à un endommagement des matériaux. Le scénario 2 (fatigue/impact) altère également les propriétés des matériaux, en particulier pour le 4 plis. En revanche, le vieillissement naturel n'a pas eu d'influence significative sur les propriétés des échantillons en post-impact.

Les essais de fatigue ont permis de donner une tendance vis-à-vis du comportement des matériaux en fatigue lorsqu'ils sont sains ou après les scénarios 1 et 2. Au regard des résultats, le comportement en fatigue des matériaux après impact et/ou fatigue est similaire au comportement en fatigue des matériaux non impactés, indiquant qu'il est en principe possible de déterminer le cycle de vie en fatigue de ces matériaux dès lors que leur contrainte à rupture en flexion statique est connue et que le comportement en fatigue du matériau sain est également connu.

Enfin, le matériau composite lin/époxy constitué de 6 plis présente des propriétés mécaniques prometteuses. Il offre un bon compromis entre un gain de masse et un comportement à l'impact et en post-impact optimal. Ses propriétés résiduelles normalisées après un impact de 10 J sont ainsi du même ordre que celles du 8 plis.

## Perspectives

Les résultats obtenus dans le cadre de la présente thèse fournissent une base de données "matériaux" conséquente, permettant une meilleure compréhension du comportement à l'impact et en post-impact des matériaux composites à fibres tissées de lin. L'avenue sur leur connaissance comportementale est loin d'être achevée, ce qui est une bonne nouvelle pour la science. Une attention particulière pourrait être portée à l'avenir sur le type de résine (si possible bio-sourcée), l'influence du type d'armure tissée (2D : taffetas, satin, sergé, voire cousu), le procédé d'élaboration et le taux volumique de fibres, sur d'autres vieillissements ou d'autres fibres végétales. Il en demeure néanmoins, en ce qui concerne notre étude doctorale, que des perspectives fort nombreuses de poursuite des travaux peuvent être envisagées, tant d'un point de vue expérimental que numérique. Sans être exhaustifs, nous en citons quelques-unes qui nous paraissent relever d'un besoin immédiat :

- Le matériau lin/époxy constitué de 6 plis présente les propriétés les plus intéressantes. Il pourrait être intéressant à l'avenir de focaliser l'attention sur ce stratifié et de poursuivre sa caractérisation expérimentale. En particulier, il serait intéressant de déterminer les paramètres élastiques anisotropes du composite 6 plis en particulier à l'aide de l'essai de traction présenté au paragraphe 2.4.1. Ces résultats pourraient ainsi être confrontés aux valeurs obtenues à partir de modèles analytiques et/ou numériques. D'autre part, il serait également intéressant de mettre à contribution la technique de l'émission acoustique, non exploitée dans la présente étude, pour le suivi des mécanismes d'endommagement, tant sur les aspects statiques (solllicitations en traction et flexion) que dynamiques (fatigue), en tenant compte d'un éventuel vieillissement (naturel ou accéléré). Ce suivi doit impérativement être associé à une campagne d'identification par MEB dans le but de proposer une chronologie d'apparition des différents mécanismes d'endommagement propre à chacun des quatre scénarios de la présente étude.
  
- D'un point de vue modélisation numérique, l'analyse par stéréo-corrélation d'images du comportement du composite à l'impact fournit un ensemble de mesures de champs cinématiques synchronisé aux mesures issues du capteur d'effort et de l'accéléromètre. Une technique de recalage de modèles éléments finis pourrait ainsi être mise en œuvre afin d'identifier les paramètres matériaux associés à un modèle de comportement élastique anisotrope du composite dans un premier temps, puis les paramètres d'un modèle incluant les phénomènes d'endommagement. Ces techniques ont déjà été mises en œuvre au sein du laboratoire SYMME sur des matériaux métalliques [188] et ont permis d'identifier des paramètres matériaux de lois élasto-plastiques anisotropes. Le principal challenge sera de mesurer les déformations de faible amplitude par stéréo-corrélation d'images dans le cadre de l'impact.

Cette meilleure compréhension du comportement à l'impact des bio-composites via la modélisation et le dialogue essai-modèle permettra à terme d'aboutir à des règles de conception. Règles de conception qui permettront de mieux intégrer les bio-composites dans les applications structurelles.

\* \*  
\*



# Bibliographie

- [1] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman. Flax fibre and its composites - a review. *Composites Part B : Engineering*, 56 :296–317, 2014.
- [2] E. Bodros, I. Pillin, N. Montrelay, and C. Baley. Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications? *Composites Science and Technology*, 67(3) :462 – 470, 2007.
- [3] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur; Matériaux | Plastiques et Composites*, AM 5130 v2, 01 2013.
- [4] A. Perrier. *Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans des composites chanvre/epoxy*. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 12 2016.
- [5] A. Bledzki and J. Gassan. Composites reinforced with cellulose-based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24 (2) :221–274, 1999.
- [6] C. Baley. Renforcement des polymères par des fibres végétales. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 16 (1), 2006.
- [7] D. B. Dittenber and H. V. GangaRao. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(8) :1419 – 1429, 2012.
- [8] K. Pickering, M. A. Efendy, and T. Le. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 83 :98 – 112, 2016. Special Issue on Biocomposites.
- [9] M. P. Dicker, P. F. Duckworth, A. B. Baker, G. Francois, M. K. Hazzard, and P. M. Weaver. Green composites : A review of material attributes and complementary applications. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 56 :280 – 289, 2014.
- [10] D. U. Shah. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters : a critical review. *Journal of Materials Science*, 48 :6083–6107, 09 2013.
- [11] J. Gassan and A. Bledzki. Thermal degradation of flax and jute fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 82 :1417–1422, 08 2001.
- [12] S. Liang, H. Nouri, and E. Lafranche. Thermo-compression forming of flax fibre-reinforced polyamide 6 composites : influence of the fibre thermal degradation on mechanical properties. *Journal of Materials Science*, 50 :7660–7672, 2015.
- [13] W. Garat, S. Corn, N. L. Moigne, J. Beaugrand, and A. Bergeret. Analysis of the morphometric variations in natural fibres by automated laser scanning : Towards an efficient and reliable assessment of the cross-sectional area. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 108 :114 – 123, 2018.
- [14] A. Abot, C. Bonnafous, F. Touchard, F. Thibault, L. Chocinski, R. Lemoine, and F. Dédaldé-champ. Effects of cultural conditions on the hemp (*Cannabis sativa*) phloem fibres : Biological development and mechanical properties. *Journal of Composite Materials*, 47(8) :1067–1077, 2013.

- [15] C. Baley and A. Bourmaud. Average tensile properties of french elementary flax fibers. *Materials Letters*, 122, 2014.
- [16] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, C. Morvan, and C. Baley. Tensile properties of elementary fibres of flax and glass : Analysis of reproducibility and scattering. *Materials Letters*, 130 :289–291, 2014.
- [17] D. Shah. Natural fibre composites : Comprehensive ashby-type materials selection charts. *Materials & Designs (1980-2015)*, 62 :21–31, 2014.
- [18] J. Blanchard, A. Sobey, and J. Blake. Multi-scale investigation into the mechanical behaviour of flax in yarn, cloth and laminate form. *Composites Part B : Engineering*, 84 :228–235, 2016.
- [19] A. Bourmaud, M. Gibaud, A. Lefeuvre, C. Morvan, and C. Baley. Influence of the morphology characters of the stem on the lodging resistance of marylin flax. *Industrial Crops and Products*, 66 :27–37, 2015.
- [20] C. Meirhaeghe and H. Bewa. Évaluation de la disponibilité et de l’accessibilité des fibres végétales à usages matériaux en france. *Étude FRD subventionnée par l’ADEME*, 2011.
- [21] Le lin et le chanvre européens : la carte du lin. [http://www.mastersoflinen.com/fre/lin/19-la-carte-du-lin\\_\\_](http://www.mastersoflinen.com/fre/lin/19-la-carte-du-lin__). [En ligne ; accédé le 12-avril-2018].
- [22] S. Bastra. Other long vegetable fibres. *Handbook of fibre science and technology, Fibre chemistry, New York : Marcel Dekker*, pages 505–575, 1998.
- [23] H. Lilholt, H. Toftegaard, A. Thomsen, and A. Schmidt. Natural composites based on cellulosic fibres and polypropylene matrix. their processing and characterization. In *Proceedings of ICCM*, volume 12, page 9, 1999.
- [24] H. A. Khalil, H. Rozman, M. Ahmad, and H. Ismail. Acetylated plant-fiber-reinforced polyester composites : a study of mechanical, hygrothermal, and aging characteristics. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 39(4) :757–781, 2000.
- [25] F. Tröger, G. Wegener, and C. Seemann. Miscanthus and flax as raw material for reinforced particleboards. *Industrial Crops and Products*, 8(2) :113 – 121, 1998.
- [26] G. Cicala, G. Cristaldi, G. Recca, and A. Latteri. Composites based on natural fibre fabrics. In *Woven fabric engineering*. InTech, 2010.
- [27] A. Roudier. *Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin*. PhD thesis, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2012.
- [28] K. Cheour. *Analyse du comportement en vibration de matériaux composites à fibres végétales*. PhD thesis, Reims, 2017.
- [29] A. Bourmaud. *Contribution à l’étude multi-échelles de fibres végétales et de biocomposites-lin*. PhD thesis, Université de Bretagne Sud, 2011.
- [30] S. Liang, P.-B. Gning, and L. Guillaumat. Quasi-static behaviour and damage assessment of flax/epoxy composites. *Materials & Design*, 67 :344–353, 2015.
- [31] L. Yan and N. Chouw. Compressive and flexural behaviour and theoretical analysis of flax fibre reinforced polymer tube encased coir fibre reinforced concrete composite. *Materials & Design (1980-2015)*, 52 :801–811, 2013.
- [32] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, and L. Guillaumat. Experimental and finite elements analysis of the vibration behaviour of a bio-based composite sandwich beam. *Composites Part B : Engineering*, 110 :466–475, 2017.
- [33] A. Couture, G. Lebrun, and L. Laperrière. Mechanical properties of polylactic acid (PLA) composites reinforced with unidirectional flax and flax-paper layers. *Composite Structures*, 154 :286–295, 2016.



- 
- [34] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, and M. Skrifvars. Development of flax fibre based textile reinforcements for composite applications. *Applied composite materials*, 13(4) :199–215, 2006.
- [35] D. Scida, A. Bourmaud, and C. Baley. Influence of the scattering of flax fibres properties on flax/epoxy woven ply stiffness. *Materials & Design*, 122 :136–145, 2017.
- [36] L. Zhang and M. Miao. Commingled natural fibre/polypropylene wrap spun yarns for structured thermoplastic composites. *Composites Science and Technology*, 70(1) :130–135, 2010.
- [37] J. Moothoo, S. Allaoui, P. Ouagne, and D. Soulat. A study of the tensile behaviour of flax tows and their potential for composite processing. *Materials & Design*, 55 :764–772, 2014.
- [38] P. Ouagne, D. Soulat, J. Moothoo, E. Capelle, and S. Gueret. Complex shape forming of a flax woven fabric; analysis of the tow buckling and misalignment defect. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 51 :1–10, 2013.
- [39] S. Bel. *Analyse et simulation de la mise en forme des renforts de composites NCF*. PhD thesis, Lyon, INSA, 2011.
- [40] B. Madsen, P. Hoffmeyer, and H. Lilholt. Hemp yarn reinforced composites - II. Tensile properties. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 38 :2204–2215, 2007.
- [41] I. Van De Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, and I. Verpoest. Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 37 :1368–1376, 2006.
- [42] Q. Liu and M. Hughes. The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(10) :1644 – 1652, 2008.
- [43] E. Jahanian and A. Zeinedini. Influence of drilling on mode II delamination of E-glass/epoxy laminated composites. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 96 :398–407, 08 2018.
- [44] R. Dunne, D. Desai, R. Sadiku, and J. Jayaramudu. A review of natural fibres, their sustainability and automotive applications. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 35(13) :1041–1050, 2016.
- [45] I. Verpoest, J. Baets, J. Acker, H. Lilholt, M. Hugues, C. Baley, et al. Flax and hemp fibres : a natural solution for the composite industry. *JEC composites. Paris : JEC*, 2012.
- [46] A. Grenetier. Le lin dans le ski, état de l’art et perspectives. In *Colloque Fatigue et durabilité des composites biosourcés*, Besançon, 2016.
- [47] A. Bourmaud and C. Baley. Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 92(6) :1034 – 1045, 2007.
- [48] A. Le Duigou, I. Pillin, A. Bourmaud, P. Davies, and C. Baley. Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly(l-lactide) composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(9) :1471 – 1478, 2008.
- [49] C. Santulli. Mechanical and impact properties of untreated jute fabric reinforced polyester laminates compared with different E-glass fibre reinforced laminates. *Science and Engineering of Composite Materials*, 9 :177–188, 2000.
- [50] C. Santulli, M. Janssen, and G. Jeronimidis. Partial replacement of E-glass fibers with flax fibers in composites and effect on falling weight impact performance. *Journal of Materials Science*, 40 :3581–3585, 2005.
- [51] S. Liang. *Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés*. PhD thesis, Université de Bourgogne, 2012.
-

- [52] A. Elouaer, Z. Aboura, R. Ayad, H. Sabhi, and M. Benzeggagh. Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibres végétales. *Comptes Rendus des JNC 16*, 2009.
- [53] D. De Vasconcellos. *Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy*. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2013.
- [54] N. Tai, C. Ma, J. Lin, and G. Wu. Effects of thickness on the fatigue-behavior of quasi-isotropic carbon/epoxy composites before and after low energy impacts. *Composites Science and Technology*, 59 :1753–1762, 1999.
- [55] M. Beheshty, B. Harris, and T. Adam. An empirical fatigue-life model for high-performance fibre composites with and without impact damage. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 30 :971–987, 1999.
- [56] Wikiversité. Introduction à la science des matériaux/propriétés mécaniques des matériaux ii - autres essais mécaniques — wikiversité,. [https://fr.wikiversity.org/w/index.php?title=Introduction\\_à\\_la\\_science\\_des\\_matériaux/Propriétés\\_mécaniques\\_des\\_matériaux\\_II\\_-\\_Autres\\_essais\\_mécaniques&oldid=677125](https://fr.wikiversity.org/w/index.php?title=Introduction_à_la_science_des_matériaux/Propriétés_mécaniques_des_matériaux_II_-_Autres_essais_mécaniques&oldid=677125), 2017. [En ligne ; accédé le 20-juin-2018].
- [57] R. Merle and J.-L. Prensier. Identification de modèles de comportement pour le crash-test automobile. Technical report, Ecole Normale Supérieure Paris Saclay, 2005.
- [58] S. K. Garkhail, R. W. H. Heijenrath, and T. Peijs. Mechanical properties of natural-fibre-mat-reinforced thermoplastics based on flax fibres and polypropylene. *Applied Composite Materials*, 7(5) :351–372, 2000.
- [59] B. Bax and J. Müssig. Impact and tensile properties of PLA/cordenka and PLA/flax composites. *Composites Science and Technology*, 68(7) :1601–1607, 2008.
- [60] W. Liu, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, and M. Misra. Influence of processing methods and fiber length on physical properties of kenaf fiber reinforced soy based biocomposites. *Composites Part B : Engineering*, 38(3) :352 – 359, 2007. Bio-engineered Composites.
- [61] C. Chow, X. Xing, and R. Li. Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 67(2) :306 – 313, 2007. Modelling and Characterization of Composites.
- [62] J. M. Duell. Impact testing of advanced composites. *Advanced topics in characterization of composites*, 97, 2004.
- [63] W. H. Cubberly. *Tool and Manufacturing Engineers Handbook Desk Edition*, volume 5. Society of Manufacturing Engineers, 1989.
- [64] D. François and A. Pineau. *From Charpy to present impact testing*, volume 30. Elsevier, 2002.
- [65] K. T. Lau, P. Y. Hung, M. H. Zhu, and D. Hui. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. *Composites Part B : Engineering*, 136 :222–233, 2018.
- [66] R. Hosseinzadeh, M. M. Shokrieh, and L. Lessard. Damage behavior of fiber reinforced composite plates subjected to drop weight impacts. *Composites science and technology*, 66(1) :61–68, 2006.
- [67] N. R. Mathivanan and J. Jerald. Experimental investigation of low-velocity impact characteristics of woven glass fiber epoxy matrix composite laminates of EP3 grade. *Materials & Design*, 31(9) :4553–4560, 2010.
- [68] ISO EN 6603-2 :2000. *Plastiques - Détermination du comportement des plastiques rigides perforés sous l'effet d'un choc*, 2000.
- [69] V. Shim and L. Yang. Characterization of the residual mechanical properties of woven fabric reinforced composites after low-velocity impact. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47(4-5) :647–665, 2005.

- 
- [70] N. V. Padaki, R. Alagirusamy, B. Deopura, B. Sugun, and R. Fangueiro. Low velocity impact behaviour of textile reinforced composites. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 2008.
- [71] B. Ostre. *Etude des impacts sur chant appliqués à des structures composites dans l'aéronautique*. PhD thesis, Toulouse, ISAE, 2014.
- [72] C. Scarponi, C. Pizzinelli, S. Sánchez-Sáez, and E. Barbero. Impact load behaviour of resin transfer moulding (RTM) hemp fibre composite laminates. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 3(3) :298–310, 2009.
- [73] K. S. Ahmed, S. Vijayarangan, and A. Kumar. Low velocity impact damage characterization of woven jute-glass fabric reinforced isothallic polyester hybrid composites. *Journal of reinforced plastics and composites*, 26(10) :959–976, 2007.
- [74] P. Reis, J. Ferreira, P. Santos, M. Richardson, and J. Santos. Impact response of kevlar composites with filled epoxy matrix. *Composite Structures*, 94(12) :3520–3528, 2012.
- [75] M. Ravandi, W. Teo, L. Tran, M. Yong, and T. Tay. Low velocity impact performance of stitched flax/epoxy composite laminates. *Composites Part B : Engineering*, 117 :89–100, 2017.
- [76] Z. Aslan, R. Karakuzu, and O. Sayman. Dynamic characteristics of laminated woven E-glass-epoxy composite plates subjected to low velocity heavy mass impact. *Journal of Composite materials*, 36(21) :2421–2442, 2002.
- [77] F. Lachaud. Contribution à l'analyse multi échelle du comportement mécanique non linéaire matériau des structures composites. *Habilitation à Diriger des Recherches, Université de Toulouse*, 2011.
- [78] C. Atas and O. Sayman. An overall view on impact response of woven fabric composite plates. *Composite Structures*, 82(3) :336 – 345, 2008.
- [79] H. Dhakal, Z. Zhang, M. Richardson, and O. Errajhi. The low velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composite structures*, 81(4) :559–567, 2007.
- [80] M. Hebert, C.-E. Rousseau, and A. Shukla. Shock loading and drop weight impact response of glass reinforced polymer composites. *Composite structures*, 84(3) :199–208, 2008.
- [81] C. Scarponi, G. Briotti, R. Barboni, A. Marcone, and M. Iannone. Impact testing on composites laminates and sandwich panels. *Journal of Composite Materials*, 30(17) :1873–1911, 1996.
- [82] C. Santulli and W. Cantwell. Impact damage characterization on jute reinforced composites. *Journal of Materials Science Letters*, 20(5) :477–479, 2001.
- [83] G. Caprino, V. Lopresto, A. Langella, and M. Durante. Irreversibly absorbed energy and damage in gfrp laminates impacted at low velocity. *Composite Structures*, 93(11) :2853–2860, 2011.
- [84] N. K. Naik, Y. C. Sekher, and S. Meduri. Damage in woven-fabric composites subjected to low-velocity impact. *Composites Science and Technology*, 60(5) :731–744, 2000.
- [85] H. Dhakal, Z. Zhang, N. Bennett, and P. Reis. Low-velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites : Influence of impactor geometry and impact velocity. *Composite Structures*, 94(9) :2756–2763, 2012.
- [86] G. Caprino, L. Carrino, M. Durante, A. Langella, and V. Lopresto. Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures*, 133 :892–901, 2015.
- [87] D. S. De Vasconcellos, F. Sarasini, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, M. Pucci, C. Santulli, J. Tirillò, S. Iannace, and L. Sorrentino. Influence of low velocity impact on fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composites. *Composites Part B : Engineering*, 66 :46–57, 2014.
-

- [88] F. Bensadoun, D. Depuydt, J. Baets, I. Verpoest, and A. Van Vuure. Low velocity impact properties of flax composites. *Composite Structures*, 2017.
- [89] R. Petrucci, C. Santulli, D. Puglia, E. Nisini, F. Sarasini, J. Tirillò, L. Torre, G. Minak, and J. Kenny. Impact and post-impact damage characterisation of hybrid composite laminates based on basalt fibres in combination with flax, hemp and glass fibres manufactured by vacuum infusion. *Composites Part B : Engineering*, 69 :507–515, 2015.
- [90] F. Sarasini, J. Tirillò, S. D’Altilia, T. Valente, C. Santulli, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, D. Mellier, L. Lampani, and P. Gaudenzi. Damage tolerance of carbon/flax hybrid composites subjected to low velocity impact. *Composites Part B : Engineering*, 91 :144–153, 2016.
- [91] M. Hosur, M. Karim, and S. Jeelani. Experimental investigations on the response of stitched/unstitched woven S2-glass/SC15 epoxy composites under single and repeated low velocity impact loading. *Composite structures*, 61(1-2) :89–102, 2003.
- [92] T.-W. Shyr and Y.-H. Pan. Impact resistance and damage characteristics of composite laminates. *Composite structures*, 62(2) :193–203, 2003.
- [93] S. Petit, C. Bouvet, A. Bergerot, and J.-J. Barrau. Impact and compression after impact experimental study of a composite laminate with a cork thermal shield. *Composites Science and Technology*, 67(15-16) :3286–3299, 2007.
- [94] K. T. Tan, N. Watanabe, and Y. Iwahori. X-ray radiography and micro-computed tomography examination of damage characteristics in stitched composites subjected to impact loading. *Composites Part B : Engineering*, 42(4) :874–884, 2011.
- [95] M. G. Nejhad and A. Parvizi-Majidi. Impact behaviour and damage tolerance of woven carbon fibre-reinforced thermoplastic composites. *Composites*, 21(2) :155–168, 1990.
- [96] M. Richardson and M. Wisheart. Review of low-velocity impact properties of composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 27(12) :1123–1131, 1996.
- [97] S. Liang, L. Guillaumat, and P.-B. Gning. Impact behaviour of flax/epoxy composite plates. *International Journal of Impact Engineering*, 80 :56–64, 2015.
- [98] C. Santulli and A. Caruso. Effect of fibre architecture on the falling weight impact properties of hemp/epoxy composites. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 3(3) :291–297, 2009.
- [99] H. N. Dhakal, M. Skrifvars, K. Adekunle, and Z. Y. Zhang. Falling weight impact response of jute/methacrylated soybean oil bio-composites under low velocity impact loading. *Composites science and technology*, 92 :134–141, 2014.
- [100] W. Wang, N. Chouw, and K. Jayaraman. Effect of thickness on the impact resistance of flax fibre-reinforced polymer. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 35(17) :1277–1289, 2016.
- [101] M. Habibi, L. Laperrière, and H. M. Hassanabadi. Influence of low-velocity impact on residual tensile properties of nonwoven flax/epoxy composite. *Composite Structures*, 186 :175–182, 2018.
- [102] A. Komus. *Fatigue behaviour of a barely visible impact damaged carbon fibre reinforced epoxy laminate*. University of Manitoba (Canada), 2011.
- [103] C. Garnier, M.-L. Pastor, B. Lorrain, and O. Pantalé. Fatigue behavior of impacted composite structures. *Composite Structures*, 100 :443–450, 2013.
- [104] I. M. De Rosa, C. Santulli, F. Sarasini, and M. Valente. Post-impact damage characterization of hybrid configurations of jute/glass polyester laminates using acoustic emission and IR thermography. *Composites Science and Technology*, 69(7-8) :1142–1150, 2009.

- 
- [105] T. Yuanjian and D. Isaac. Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites. *Composites Science and Technology*, 67(15-16) :3300–3307, 2007.
- [106] T. Yuanjian and D. Isaac. Combined impact and fatigue of glass fiber reinforced composites. *Composites Part B : Engineering*, 39(3) :505–512, 2008.
- [107] K.-W. Kang and J.-K. Kim. Effect of shape memory alloy on impact damage behavior and residual properties of glass/epoxy laminates under low temperature. *Composite Structures*, 88(3) :455–460, 2009.
- [108] I. M. De Rosa, H. N. Dhakal, C. Santulli, F. Sarasini, and Z. Y. Zhang. Post-impact static and cyclic flexural characterisation of hemp fibre reinforced laminates. *Composites Part B : Engineering*, 43(3) :1382–1396, 2012.
- [109] A. Shahzad. Impact and fatigue properties of hemp–glass fiber hybrid biocomposites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30(16) :1389–1398, 2011.
- [110] I. De Rosa, F. Marra, G. Pulci, C. Santulli, F. Sarasini, J. Tirillò, and M. Valente. Post-impact mechanical characterisation of E-glass/basalt woven fabric interply hybrid laminates. *Express Polymer Letters*, 5(5), 2011.
- [111] Z. Salleh, K. M. Hyie, M. Berhan, Y. Taib, E. Latip, and A. Kalam. Residual tensile stress of kenaf polyester and kenaf hybrid under post impact and open hole tensile. *Procedia Technology*, 15 :856–861, 2014.
- [112] Y. Lebaupin. *Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression*. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers, 2016.
- [113] A. Rubio-López, J. Artero-Guerrero, J. Pernas-Sánchez, and C. Santiuste. Compression after impact of flax/PLA biodegradable composites. *Polymer Testing*, 59 :127 – 135, 2017.
- [114] H. Dhakal, H. Ghasemnejad, Z. Y. Zhang, S. Ismail, and V. Arumugam. The post-impact response of flax/up composite laminates under low velocity impact loading. *International Journal of Damage Mechanics*, page 1056789517751239, 2018.
- [115] K.-W. Kang and J.-K. Kim. Fatigue life prediction of impacted carbon/epoxy laminates under constant amplitude loading. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(5) :529–535, 2004.
- [116] G. Dorey. Impact damage tolerance and assessment in advanced composite materials. *Seminar on Advanced Composites, Cranfield Institute of Technology, Cranfield, UK*, 1986.
- [117] G. Caprino. Residual strength prediction of impacted cfrp laminates. *Journal of Composite Materials*, 18(6) :508–518, 1984.
- [118] Standard tests for toughened resin composites. NASA reference publication 1092. Technical report, NASA Langley Research Center, 1982.
- [119] P. Curtis. Crag (composite research advisory group) test methods for the measurement of the engineering properties of fibre reinforced plastics. Technical report, ROYAL AEROSPACE ESTABLISHMENT FARNBOROUGH (UNITED KINGDOM), 1988.
- [120] S. Abrate. Impact on laminated composite materials. *Applied Mechanics Reviews*, 44 :155–90, 1991.
- [121] C. Santulli. Post-impact flexural tests on jute/polyester laminates monitored by acoustic emission. *Journal of Materials Science*, 41(4) :1255–1259, 2006.
- [122] S. Avril, E. Ferrier, A. Vautrin, P. Hamelin, and Y. Surrel. A full-field optical method for the experimental analysis of reinforced concrete beams repaired with composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(7) :873 – 884, 2004.
-

- [123] J.-D. Mathias, X. Balandraud, and M. Grédiac. Experimental investigation of composite patches with a full-field measurement method. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 37(2) :177 – 190, 2006. CompTest 2004.
- [124] C. Badulescu, M. Grédiac, J. D. Mathias, and D. Roux. A procedure for accurate one-dimensional strain measurement using the grid method. *Experimental Mechanics*, 49(6) :841–854, Dec 2009.
- [125] R. R. Cordero, M. François, I. Lira, and C. Vial-Edwards. Whole-field analysis of uniaxial tensile tests by moiré interferometry. *Optics and Lasers in Engineering*, 43(9) :919 – 936, 2005.
- [126] W.-J. Ryu, Y.-J. Kang, S.-H. Baik, and S.-J. Kang. A study on the 3-d measurement by using digital projection moiré method. *Optik - International Journal for Light and Electron Optics*, 119(10) :453 – 458, 2008.
- [127] E. Cosola, K. Genovese, L. Lamberti, and C. Pappalettere. A general framework for identification of hyper-elastic membranes with moiré techniques and multi-point simulated annealing. *International Journal of Solids and Structures*, 45(24) :6074 – 6099, 2008.
- [128] M. Sjö Dahl. Some recent advances in electronic speckle photography. *Optics and Lasers in Engineering*, 29(2) :125 – 144, 1998.
- [129] I. Yamaguchi. Holography, speckle, and computers. *Optics and Lasers in Engineering*, 39(4) :411 – 429, 2003. Digital Speckle Techniques.
- [130] L. Bruno, G. Felice, L. Pagnotta, A. Poggialini, and G. Stigliano. Elastic characterization of orthotropic plates of any shape via static testing. *International Journal of Solids and Structures*, 45(3) :908 – 920, 2008.
- [131] T. Pottier, P. Vacher, F. Toussaint, H. Louche, and T. Coudert. Out-of-plane testing procedure for inverse identification purpose : application in sheet metal plasticity. *Experimental Mechanics*, 52(7) :951–963, 2012.
- [132] M. Sutton, J. Yan, V. Tiwari, H. Schreier, and J. Orteu. The effect of out-of-plane motion on 2d and 3d digital image correlation measurements. *Optics and Lasers in Engineering*, 46(10) :746–757, 2008.
- [133] M. Flores, D. Mollenhauer, V. Runatunga, T. Beberniss, D. Rapking, and M. Pankow. High-speed 3D digital image correlation of low-velocity impacts on composite plates. *Composites Part B : Engineering*, 2017.
- [134] K. Namala, P. Mahanjan, and N. Bhatnagar. Digital image correlation of low velocity impact on glass/epoxy composite. *International journal of vehicle safety*, 7 :327–344, 2014.
- [135] A. Godara and D. Raabe. Influence of fiber orientation on global mechanical behavior and mesoscale strain localization in a short glass-fiber-reinforced epoxy polymer composite during tensile deformation investigated using digital image correlation. *Composites Science and technology*, 67(11) :2417–2427, 2007.
- [136] C. Goidescu, H. Weleman, C. Garnier, M. Fazzini, R. Brault, E. Péronnet, and S. Mistou. Damage investigation in CFRP composites using full-field measurement techniques : combination of digital image stereo-correlation, infrared thermography and X-ray tomography. *Composites Part B : Engineering*, 48 :95–105, 2013.
- [137] D. Lee, H. Tippur, M. Kirugulige, and P. Bogert. Experimental study of dynamic crack growth in unidirectional graphite/epoxy composites using digital image correlation method and high-speed photography. *Journal of composite materials*, 43(19) :2081–2108, 2009.
- [138] A. Elouaer. *Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales*. PhD thesis, Reims, 2011.

- 
- [139] L. Puech, K. R. Ramakrishnan, N. L. Moigne, S. Corn, P. R. Slangen, A. L. Duc, H. Boudhani, and A. Bergeret. Investigating the impact behaviour of short hemp fibres reinforced polypropylene biocomposites through high speed imaging and finite element modelling. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 109 :428 – 439, 2018.
- [140] J. E. Yagoubi, G. Lubineau, S. Saghir, J. Verdu, and A. Askari. Thermomechanical and hygroelastic properties of an epoxy system under humid and cold-warm cycling conditions. *Polymer Degradation and Stability*, 99(Supplement C) :146 – 155, 2014.
- [141] N. Coniglio, K. Nguyen, R. Kurji, and E. Gamboa. Characterizing water sorption in 100% solids epoxy coatings. *Progress in Organic Coatings*, 76(9) :1168–1177, 2013.
- [142] A. Zafar, F. Bertocco, J. Schjødt-Thomsen, and J. Rauhe. Investigation of the long term effects of moisture on carbon fibre and epoxy matrix composites. *Composites Science and Technology*, 72(6) :656–666, 2012.
- [143] H. Alamri and I. M. Low. Mechanical properties and water absorption behaviour of recycled cellulose fibre reinforced epoxy composites. *Polymer testing*, 31(5) :620–628, 2012.
- [144] I. Merdas, F. ThomINETTE, A. Tcharkhtchi, and J. Verdu. Factors governing water absorption by composite matrices. *Composites Science and Technology*, 62(4) :487–492, 2002.
- [145] G. Pitarresi, M. Scafidi, S. Alessi, M. Di Filippo, C. Billaud, and G. Spadaro. Absorption kinetics and swelling stresses in hydrothermally aged epoxies investigated by photoelastic image analysis. *Polymer Degradation and Stability*, 111 :55–63, 2015.
- [146] A. Simar. *Impact du vieillissement humide sur le comportement d'un composite à matrice organique tissé fabriqué par injection RTM : Mise en évidence d'un couplage entre absorption d'eau et thermo-oxydation de la matrice*. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers, 2014.
- [147] J. Verdu. *Action de l'eau sur les plastiques*. Ed. Techniques Ingénieur, 2000.
- [148] C. Damian, E. Espuche, and M. Escoubes. Influence of three ageing types (thermal oxidation, radiochemical and hydrolytic ageing) on the structure and gas transport properties of epoxy–amine networks. *Polymer degradation and stability*, 72(3) :447–458, 2001.
- [149] K. Ivanova, R. Pethrick, and S. Affrossman. Investigation of hydrothermal ageing of a filled rubber toughened epoxy resin using dynamic mechanical thermal analysis and dielectric spectroscopy. *Polymer*, 41(18) :6787–6796, 2000.
- [150] F. Perrin, M. H. Nguyen, and J. Vernet. Water transport in epoxy–aliphatic amine networks–influence of curing cycles. *European Polymer Journal*, 45(5) :1524–1534, 2009.
- [151] D. A. Powers. Interaction of water with epoxy. *Sandia Report SAND2009-4405, Albuquerque, New Mexico*, 2009.
- [152] M. C. Symington, W. M. Banks, O. D. West, and R. Pethrick. Tensile testing of cellulose based natural fibers for structural composite applications. *Journal of composite materials*, 43(9) :1083–1108, 2009.
- [153] A. K. Mohanty, M. Misra, , and G. Hinrichsen. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites : An overview. *Macromolecular materials and Engineering*, 276(1) :1–24, 2000.
- [154] A. Bourmaud and C. Baley. Effects of thermo mechanical processing on the mechanical properties of biocomposite flax fibers evaluated by nanoindentation. *Polymer Degradation and Stability*, 95(9) :1488–1494, 2010.
- [155] M. Assarar, D. Scida, W. Zouari, E. H. Saidane, and R. Ayad. Acoustic emission characterization of damage in short hemp-fiber-reinforced polypropylene composites. *Polymer composites*, 37(4) :1101–1112, 2016.
-



- [156] M. Assarar, D. Scida, A. El Mahi, C. Poilâne, and R. Ayad. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials : Flax-fibres and glass-fibres. *Materials & Design*, 32(2) :788–795, 2011.
- [157] H. Dhakal, Z. Zhang, and M. Richardson. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites science and technology*, 67(7-8) :1674–1683, 2007.
- [158] A. Le Duigou, P. Davies, and C. Baley. Seawater ageing of flax/poly (lactic acid) biocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 94(7) :1151–1162, 2009.
- [159] A. Le Duigou, A. Bourmaud, P. Davies, and C. Baley. Long term immersion in natural seawater of flax/pla biocomposite. *Ocean Engineering*, 90 :140–148, 2014.
- [160] A. Le Duigou, A. Bourmaud, and C. Baley. In-situ evaluation of flax fibre degradation during water ageing. *Industrial Crops and Products*, 70 :204–210, 2015.
- [161] S. Panthapulakkal and M. Sain. Injection-molded short hemp fiber/glass fiber-reinforced polypropylene hybrid composites—mechanical, water absorption and thermal properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 103(4) :2432–2441, 2007.
- [162] E. H. Saidane. *Etude de l'effet du vieillissement hygrothermique sur le comportement mécanique d'éco-composites à renfort hybride*. PhD thesis, Reims, 2015.
- [163] D. Scida, M. Assarar, C. Poilâne, and R. Ayad. Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites Part B : Engineering*, 48 :51–58, 2013.
- [164] A. Chilali, W. Zouari, M. Assarar, H. Kebir, and R. Ayad. Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composite Structures*, 183 :309–319, 2018.
- [165] K. Cheour, M. Assarar, D. Scida, R. Ayad, and X.-L. Gong. Effect of water ageing on the mechanical and damping properties of flax-fibre reinforced composite materials. *Composite Structures*, 152 :259–266, 2016.
- [166] C. Badji, J. Beigbeder, H. Garay, A. Bergeret, J.-C. Bénézet, and V. Desauziers. Correlation between artificial and natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene biocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 148 :117–131, 2018.
- [167] Z. Azwa, B. Yousif, A. Manalo, and W. Karunasena. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 47 :424–442, 2013.
- [168] A. Célino, S. Fréour, F. Jacquemin, and P. Casari. The hygroscopic behavior of plant fibers : a review. *Frontiers in chemistry*, 1 :43, 2014.
- [169] M. J. John and R. D. Anandjiwala. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymer composites*, 29(2) :187–207, 2008.
- [170] D. Scida, M. Assarar, R. Ayad, and C. Poilâne. Effet de l'humidité sur le comportement mécanique des composites à fibres de lin. In *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, page 186, 2011.
- [171] L. Soccalingame, D. Perrin, J.-C. Bénézet, and A. Bergeret. Reprocessing of UV-weathered wood flour reinforced polypropylene composites : Study of a natural outdoor exposure. *Polymer Degradation and Stability*, 133 :389–398, 2016.
- [172] C. Badji, J. Beigbeder, H. Garay, A. Bergeret, J.-C. Bénézet, and V. Desauziers. Exterior and under glass natural weathering of hemp fibers reinforced polypropylene biocomposites : Impact on mechanical, chemical, microstructural and visual aspect properties. *Polymer Degradation and Stability*, 148 :104 – 116, 2018.

- 
- [173] M. A. Thirmizir, Z. M. Ishak, R. M. Taib, S. Rahim, and S. M. Jani. Natural weathering of kenaf bast fibre-filled poly (butylene succinate) composites : effect of fibre loading and compatibiliser addition. *Journal of Polymers and the Environment*, 19(1) :263–273, 2011.
- [174] L. Belec, T. Nguyen, D. Nguyen, and J. Chailan. Comparative effects of humid tropical weathering and artificial ageing on a model composite properties from nano-to macro-scale. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 68 :235–241, 2015.
- [175] S. Butylina, M. Hyvärinen, and T. Kärki. A study of surface changes of wood-polypropylene composites as the result of exterior weathering. *Polymer Degradation and Stability*, 97(3) :337–345, 2012.
- [176] J. S. Fabiyi, A. G. McDonald, M. P. Wolcott, and P. R. Griffiths. Wood plastic composites weathering : Visual appearance and chemical changes. *Polymer Degradation and Stability*, 93(8) :1405–1414, 2008.
- [177] N. M. Stark and L. M. Matuana. Surface chemistry changes of weathered HDPE/wood-flour composites studied by XPS and FTIR spectroscopy. *Polymer Degradation and Stability*, 86(1) :1–9, 2004.
- [178] M. D. H. Beg and K. L. Pickering. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 93(10) :1939–1946, 2008.
- [179] M. I. Popa, S. Pernevan, C. Sirghie, I. Spiridon, D. Chambre, D. M. Copolovici, and N. Popa. Mechanical properties and weathering behavior of polypropylene-hemp shives composites. *Journal of Chemistry*, 2013, 2013.
- [180] C. Badji, L. Soccalingame, H. Garay, A. Bergeret, and J.-C. Bénézet. Influence of weathering on visual and surface aspect of wood plastic composites : Correlation approach with mechanical properties and microstructure. *Polymer Degradation and Stability*, 137 :162–172, 2017.
- [181] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman. Effect of UV and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications. *Materials & Design*, 71 :17–25, 2015.
- [182] C. Taylor, A. Amiri, A. Paramarta, C. Ulven, and D. Webster. Development and weatherability of bio-based composites of structural quality using flax fiber and epoxidized sucrose soyate. *Materials & Design*, 113 :17–26, 2017.
- [183] A. Chilali. *Étude expérimentale et modélisation de la durabilité des biocomposites à fibres de lin*. PhD thesis, Reims, 2017.
- [184] A. Chilali, M. Assarar, W. Zouari, H. Kebir, and R. Ayad. Effect of geometric dimensions and fibre orientation on 3d moisture diffusion in flax fibre reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 95 :75–86, 2017.
- [185] P. Vacher, S. Dumoulin, F. Morestin, and S. Mguil-Touchal. Bidimensional strain measurement using digital images. *Proceedings of the IMechE, Part C : Journal of Mechanical Engineering Science*, pages 811–817, 1999.
- [186] S. Dumoulin. *De l'utilisation d'une loi monocristalline en vue de la caractérisation du comportement plastique du multicristal d'aluminium*. PhD thesis, Université Savoie Mont Blanc, 2001.
- [187] T. Coudert. *Reconstruction tridimensionnelle du volume intérieur d'une chaussure : évaluation du chaussant*. PhD thesis, Université Savoie Mont Blanc, 2005.
- [188] T. Pottier. *Identification paramétrique par recalage de modèles éléments finis couplée à des mesures de champs cinématiques et thermiques*. PhD thesis, Université de Savoie, 2010.
-

- [189] B. Pan, K. Qian, H. Xie, and A. Asundi. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : a review. *Measurement science and technology*, 20(6), 2009.
- [190] M. Sutton, C. Mingqi, W. Peters, Y. Chao, and S. McNeill. Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4(3) :143–150, 1986.
- [191] M. A. Sutton, S. R. McNeill, J. D. Helm, and Y. J. Chao. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. In *Photomechanics*, pages 323–372. Springer, 2000.
- [192] F. Toussaint. *Dialogue modèle-expérience et stratégie d'identification en mécanique du solide. Application à la mise en forme des matériaux*. Habilitation à diriger des recherches, Université de Savoie, 2011.
- [193] D. Garcia. *Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréocorrélation d'images*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT, 2001.
- [194] H. Jin and H. A. Bruck. Pointwise digital image correlation using genetic algorithms. *Experimental Techniques*, 29(1) :36–39, 2005.
- [195] D. W. Marquardt. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2) :431–441, 1963.
- [196] M. Bornert, F. Brémand, P. Doumalin, M. Dupré, J.-C. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, S. Mistou, J. Molimard, J.-J. Orteu, L. Robert, Y. Surrel, P. Vacher, and B. Wattrisse. Assessment of digital image correlation measurement errors : Methodology and results. *Experimental Mechanics*, 49 :353–370, 2008.
- [197] A. Cuynet. Rapport de Travail de Fin d'Etudes : Analyse photomécanique du comportement à l'impact de composites à fibres végétales. Master's thesis, Laboratoire SYMME - Ecole des Mines Albi, 2015.
- [198] Z. Mahboob and H. Bougherara. Fatigue of flax-epoxy and other plant fibre composites : Critical review and analysis. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 2018.
- [199] I. El Sawi, Z. Fawaz, R. Zitoune, and H. Bougherara. An investigation of the damage mechanisms and fatigue life diagrams of flax fiber-reinforced polymer laminates. *Journal of materials science*, 49(5) :2338–2346, 2014.
- [200] S. Liang, P.-B. Gning, and L. Guillaumat. A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 72(5) :535–543, 2012.
- [201] M. Gigliotti, J. Grandidier, and M. Lafarie-Frenot. Vieillessement de matériaux composites à matrice organique-cas d'études. *Techniques de l'ingénieur*, 2014.
- [202] S. Mishra, D. K. Rathore, and B. C. Ray. A recent understanding on theories of moisture ingress and its effect on FRP composites. 2014.
- [203] J. Crank et al. *The mathematics of diffusion*. Oxford university press, 1979.
- [204] F. Pierron, Y. Poirette, and A. Vautrin. A novel procedure for identification of 3d moisture diffusion parameters on thick composites : theory, validation and experimental results. *Journal of Composite Materials*, 36(19) :2219–2243, 2002.
- [205] K. Berketis, D. Tzetzis, and P. Hogg. The influence of long term water immersion ageing on impact damage behaviour and residual compression strength of glass fibre reinforced polymer (GFRP). *Materials & Design*, 29(7) :1300–1310, 2008.
- [206] Ministère de l'agriculture et de la forêt - Direction de l'espace rural et de la forêt. Résultats du deuxième inventaire forestier (tome 1). Technical report, Département de la Haute-Savoie, 1986.

- 
- [207] Infoclimat.fr - climatologie de l'année 2017 à Annecy-Meythet. <https://www.infoclimat.fr/climatologie/annee/2017/annecy-meythet/valeurs/07494.html>. [En ligne ; accédé le 26-juin-2017].
- [208] S. Michalski. Damage to museum objects by visible radiation (light) and ultraviolet radiation (UV). In *Lighting : A Conference on Lighting in Museums, Galleries, and Historical Houses*, 1987.
- [209] S. Gordon, R. Boukhili, and N. Merah. Impact behavior and finite element prediction of the compression after impact strength of foam/vinylester-glass composite sandwiches. 16 :551–574, 08 2014.
- [210] A. Cuynet, D. Scida, Émile Roux, F. Toussaint, R. Ayad, and M. Lagache. Damage characterisation of flax fibre fabric reinforced epoxy composites during low velocity impacts using high-speed imaging and Stereo Image Correlation. *Composite Structures*, 202 :1186 – 1194, 2018. Special issue dedicated to Ian Marshall.
- [211] C. Evci and M. Gülgeç. An experimental investigation on the impact response of composite materials. *International Journal of Impact Engineering*, 43 :40–51, 2012.
- [212] L. Sutherland and C. G. Soares. Impact on low fibre-volume, glass/polyester rectangular plates. *Composite structures*, 68(1) :13–22, 2005.
- [213] G. Belingardi and R. Vadori. Low velocity impact tests of laminate glass-fiber-epoxy matrix composite material plates. *International Journal of Impact Engineering*, 27(2) :213–229, 2002.
- [214] T. Pottier, F. Toussaint, and P. Vacher. Contribution of heterogeneous strain field measurements and boundary conditions modelling in inverse identification of material parameters. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 30 :373–382, 2011.
- [215] V. Fiore, T. Scalici, F. Sarasini, J. Tirilló, and L. Calabrese. Salt-fog spray aging of jute-basalt reinforced hybrid structures : Flexural and low velocity impact response. *Composites Part B : Engineering*, 116 :99–112, 2017.
- [216] I. Živković, C. Fragassa, A. Pavlović, and T. Brugo. Influence of moisture absorption on the impact properties of flax, basalt and hybrid flax/basalt fiber reinforced green composites. *Composites Part B : Engineering*, 111 :148–164, 2017.
- [217] K. Imielińska and L. Guillaumat. The effect of water immersion ageing on low-velocity impact behaviour of woven aramid–glass fibre/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 64(13-14) :2271–2278, 2004.
- [218] A. Cuynet, F. Toussaint, E. Roux, D. Scida, and R. Ayad. Apport des mesures de champs dans l'étude de composites renforcés en fibres de lin au cours d'essais de traction quasi-statiques. In *1<sup>ère</sup> Conférence EuroMaghrébine des BioComposites*, pages 1–8, Marrakech, mars 2016.
- [219] F. Toussaint, L. Tabourot, and P. Vacher. Experimental study with a Digital Image Correlation (DIC) method and numerical simulation of an anisotropic elastic-plastic commercially pure titanium. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 8(3) :131 – 143, 2008.
- [220] ASTM D638-14. Standard test method for tensile properties of plastics. *ASTM International, West Conshohocken, PA*, 2014.
- [221] J. Brillaud and F. Lagattu. Limits and possibilities of laser speckle and white-light image-correlation methods : theory and experiments. *Applied Optics*, 41(31) :6603–6613, 2002.
- [222] F. Lagattu, F. Bridier, P. Villechaise, and J. Brillaud. In-plane strain measurements on a microscopic scale by coupling digital image correlation and an in situ SEM technique. *Materials Characterization*, 56(1) :10–18, 2006.
- [223] M. Bornert. Évaluation métrologique d'algorithmes de corrélation d'images numériques. In *Congrès Français de Mécanique*, 2007.
-

- [224] T. Cronier. Mise au point d'un protocole expérimental pour l'étude du comportement élastique de biocomposites à base de fibres de lin par corrélation d'images numériques visibles. Master's thesis, Laboratoire SYMME - Polytech Annecy-Chambéry, 2017.
- [225] Y. Dong and B. Pan. A review of speckle pattern fabrication and assessment for digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 57(8) :1161–1181, 2017.
- [226] ISO, BSEN. 178 : 2010. *Plastics-Determination of flexural properties (ISO 178 : 2010)*, 2010.
- [227] C. Rakotoarisoa. *Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne, 2014.
- [228] J. S. Tate and A. D. Kelkar. Stiffness degradation model for biaxial braided composites under fatigue loading. *Composites Part B : Engineering*, 39(3) :548 – 555, 2008.
- [229] N. E. Dowlings. *Mechanical behavior of materials*. Englewood Cliffs (NJ), Prentice Hall, 1993.
- [230] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche, A. Benallal, and R. Desmorat. *Mécanique des matériaux solides-3eme édition*. Dunod, 2009.
- [231] R. E. Little. *Statistical analysis of fatigue data*, volume 744. ASTM International, 1981.
- [232] A. Cuynet, F. Toussaint, E. Roux, M. Lagache, D. Scida, and R. Ayad. Etude du comportement à l'impact et en post impact d'agro-composites renforcés de fibres de lin. In *Journées Nationales sur les Composites 2017*, 2017.
- [233] B. Sugun and R. Rao. Impactor mass effects in glass–epoxy composites subjected to repeated drop tests. *Journal of reinforced plastics and composites*, 23(14) :1547–1560, 2004.



## Table des figures

1.1	Microstructure d'une fibre élémentaire (lin ou chanvre) [3]	10
1.2	Production du lin en Europe [21]	13
1.3	Exemples de renforts tissés [39]	16
1.4	Schéma de principe de l'essai Charpy [56]	19
1.5	Schéma de principe des barres d'Hopkinson [57]	19
1.6	Exemple de tour de chute selon la norme NF EN ISO 6603 [68]	21
1.7	Courbe déplacement/temps lors d'un impact [71]	21
1.8	Courbe force/temps lors d'un impact sur un composite à base de renforts tissés [75]	22
1.9	Courbe force déplacement d'une plaque composite pour un essai à faible énergie et faible vitesse [77]	23
1.10	Schématisation et courbe force/déflexion associée de a) la perforation d'une plaque épaisse, b) l'initiation de la perforation d'une plaque fine et c) la perforation complète d'une plaque fine [78]	23
1.11	a) Courbe force/déflexion lors d'essais d'impact de 2.5, 5 et 10 J sur un composite chanvre/epoxy b) Schéma explicatif des paramètres mesurés à l'aide de ces courbes [53]	24
1.12	Courbe énergie/temps typique lors d'un essai d'impact [81]	25
1.13	a) Faces opposées à l'impact d'échantillons de composites chanvre/epoxy impactés à 5, 10 et 15J [72], b) Face impactée et face opposée à l'impact d'un composite lin/epoxy impacté avec une énergie de 30J [90]	26
1.14	Représentation schématique du mode typique d'endommagement d'impact dans les composites [92]	27
1.15	Dispositif d'impact basse vitesse utilisé par Liang et al. [97]	29
1.16	Analyse C-scan des endommagements produits par l'impact sur des composites chanvre/epoxy avec différentes architectures de renforts [88]	30
1.17	Courbes force/déflexion et déflexion/énergie et endommagement des zones d'impact (face impactée et face opposée à l'impact) sur un échantillon avec 4 plis lin/epoxy pour des énergies de a) 25 J et b) 30 J [100]	30
1.18	Evolution de la longueur des fissures de la face inférieure de composites stratifiés lin/époxy en fonction de l'énergie d'impact pour des essais d'impact basse vitesse pour deux types d'empilements : QI_0 ([0/90/45/ - 45] <sub>2s</sub> ) et QI_90 ([90/0/ - 45/45] <sub>2s</sub> ) et de flexion 3 points quasi-statique pour l'empilement QI_0 (QI_0 Bending) [97]	31
1.19	Evolution de la contrainte résiduelle à rupture en fonction de l'énergie d'impact [96]	33
1.20	Evolution de la contrainte résiduelle à rupture normalisée ( $\frac{\sigma_r}{\sigma_0}$ ) en fonction de l'énergie d'impact ( $U$ ) pour des composites à base de fibres de carbone - confrontation des résultats expérimentaux et courbe théorique [117]	34
1.21	Courbe contrainte/déformation typique d'un essai de traction sur un composite non-tissé lin/epoxy [101]	34
1.22	(a) Courbes contrainte déformation de composites non tissés lin/epoxy non-impactés et impactés testés en traction et évolution de (b) leur module et (c) leur contrainte à rupture [101]	35



1.23	(a) Résistance en flexion (carrés noirs) et module de flexion (carrés bleus) pour des composites non-tissés chanvre/epoxy non-impactés et impactés à 12, 16 et 20 J [108] et (b) résistance en flexion de composites tissés jute/polyester non-impactés et impactés [121] . . . . .	36
1.24	Evolution de la contrainte résiduelle en flexion avant (FBI) et après impact (FAI) pour les différents types de composites (Th : matrice epoxy, Tp : matrice MAPP) à base de fibres de lin (architectures : tissés, sergés et quasi-UD) [88] . . . . .	37
1.25	Diminution de la contrainte résiduelle en flexion après impact en fonction de l'aire endommagée [88] . . . . .	37
1.26	(a) Courbes S-N obtenues avec des composites à base de fibres de chanvre avant impact (0 J) et après des impacts de 1 et 2.5 J, (b) courbes S-N normalisées pour des composites à base de fibres de chanvre avant et après impact et (c) évolution des modules durant les cycles de fatigue pour des composites à base de fibres de chanvre non-impactés et impactés [105] . . . . .	38
1.27	Distribution des déformations de Von Mises au cours de l'essai de traction en fonction de la déformation de traction imposée, montrant la formation d'hétérogénéités de déformations dans le matériau [135] . . . . .	40
1.28	Dispositif expérimental de l'essai d'impact de Lee et al. avec une caméra rapide pour faire de la corrélation d'images numériques et de l'imagerie rapide [137] . . . . .	41
1.29	(a) Photographie d'un échantillon avec des fibres orientées à 0° au cours de l'impact (28 $\mu$ s après l'impact) ; la flèche indique l'avancement de la fissure et la zone noire correspond à la fissure initiale, (b) contours de déplacements perpendiculaires à l'impact (champ $u$ ) et (c) contours de déplacements suivant la direction de l'impact et l'ouverture de la fissure (champ $v$ ) - la barre de couleur indique les déplacements en $\mu$ m [137] . . . . .	41
1.30	Comparaison entre la mesure de déplacement maximal hors-plan lors d'un impact obtenue par SIC (sur la face opposée à l'impact, en bleu) et les mesures obtenues par profilométrie sur la face opposée à l'impact (en rouge) et la face impactée (en vert) [133] . . . . .	42
1.31	Champs de déplacement hors-plan obtenu par SIC d'un échantillon pris à 2 instants de l'impact, montrant également l'évolution d'une fissuration matricielle transverse après (a) son initiation et sa propagation au cours du temps jusqu'à (b) la fin de l'impact [133] . . . . .	43
1.32	Comparaison des champs de déformations longitudinaux pour des composites hybrides carbone/lin non-impactés et impactés à 10 J (avec les empilements suivants : CFC : carbone/lin/carbone, CFCI : CFC impacté, FCF : lin/carbone/lin et FCFI : FCF impacté) [90] . . . . .	44
1.33	Mesure des déformations en traction à l'aide de différentes méthodes : (a) Champs de déformations longitudinaux obtenus par DIC et (b) courbes contrainte/déformation lors de l'essai de traction obtenues avec différentes méthodes : DIC (avec des jauges virtuelles donnant les déformations maximales ( $G_{max}$ ) et minimales ( $G_{min}$ ), ainsi que la moyenne ( $G_{lb}$ ) et les déformations au centre ( $GC$ )) et extensomètre ( $Ext$ ) [12] . . . . .	44
1.34	Courbe force/temps lors d'un essai d'impact (énergie d'impact : 12 J) et images de la face opposée à l'impact associées aux différents évènements [139] . . . . .	45
1.35	Schématisation du gonflement d'un polymère en présence d'eau [146] . . . . .	47
1.36	Augmentation du volume (en rouge) et de la masse (en bleu) de différentes fibres végétales après une immersion dans l'eau d'une semaine [152] . . . . .	48
1.37	Courbes d'absorption de composites renforcés en chanvre ou verre à (a) température ambiante et (b) 100°C [157] . . . . .	49

1.38	Courbes d'absorption de composites lin/epoxy avec des architectures sergé et uni-directionnel [170] . . . . .	50
1.39	Courbes contrainte/déformation lors d'essais de flexion sur des éprouvettes chanvre/polypropylène avant vieillissement (ligne pleine), après un vieillissement naturel d'un an (tirets) et un vieillissement d'un an sous verre (pointillés) [172] . . . . .	51
1.40	Evolution a) des modules de flexion et b) des contraintes à déflexion conventionnelle en fonction du temps de vieillissement pour des composites chanvre/polypropylène vieillis naturellement (trait plein) et sous verre (pointillé) [172] . . . . .	52
1.41	Courbes contrainte/déformations obtenues lors d'essais a) de traction et b) de flexion sur des composites lin/époxy non vieillis (en bleu) et vieillis (en rouge) . . . . .	52
1.42	Scénario 1 . . . . .	54
1.43	Scénario 2 . . . . .	54
1.44	Scénario 3 . . . . .	55
1.45	Scénario 4 . . . . .	55
2.1	a) Image du tissu sec sergé 2/2 et b) description de l'armure sergé 2/2 . . . . .	61
2.2	Image du tissu sergé 2/2 à base de fibres de verre [162] . . . . .	61
2.3	Infusion sous vide . . . . .	62
2.4	Principe de la corrélation d'images numériques [188] . . . . .	66
2.5	a) Grille virtuelle (en rouge) et domaines de corrélation (carrés bleus). b) Surface de corrélation évaluée en calculant le coefficient de corrélation $C$ pour chaque pixel du motif [188] . . . . .	67
2.6	Problème géométrique de la SIC [131] . . . . .	69
2.7	Montage de l'essai de traction . . . . .	71
2.8	Format des éprouvettes testées en traction . . . . .	72
2.9	a) Tour de chute et dispositif de serrage, b) dispositif de SIC et capteurs . . . . .	74
2.10	Dispositif d'impact lors du calibrage . . . . .	74
2.11	Vitesse d'impact en fonction de la hauteur de chute et de la masse tombante . . . . .	75
2.12	Energie d'impact en fonction de la hauteur de chute et de la masse tombante . . . . .	76
2.13	Machine de flexion 3 points quasi-statique . . . . .	77
2.14	Machine de flexion 3 points dynamique BOSE . . . . .	78
2.15	Cycles de charge et décharge lors d'un essai de fatigue . . . . .	79
2.16	Courbes typiques de prise de masse en fonction de la racine carrée du temps, avec LF correspondant à une évolution de la masse selon la loi de Fick, et A, B, C et D correspondant à des anomalies de diffusion [201] . . . . .	81
2.17	Diagramme d'optimisation des paramètres de diffusion . . . . .	83
2.18	Courbes d'absorption expérimentales (Exp) et théoriques (Fick) des échantillons vieillis dans l'eau pendant 290 jours . . . . .	84
2.19	Courbes d'absorption expérimentales (Exp) et théoriques (Fick) des échantillons vieillis dans l'eau pendant 67 jours . . . . .	84
2.20	Photographies d'un échantillon lin/époxy (a) avant et (b) après le vieillissement dans l'eau (H9) . . . . .	85
2.21	Images MEB des échantillons vieillis dans l'eau : (a) Vue globale de l'échantillon testé, (b) observation des endommagements matriciels et des dégradations à l'interface fibre/matrice et (c) fissures matricielles et ruptures de fibres . . . . .	86
2.22	Disposition des échantillons lors du vieillissement naturel . . . . .	87
2.23	Evolution des températures maximales, minimales et moyennes en extérieur à Annecy par semaine . . . . .	87
2.24	Evolution des humidités relatives (HR) maximales, minimales et moyennes en extérieur à Annecy par semaine . . . . .	88
2.25	Précipitations et chutes de neige à Annecy par semaine, et cumul des précipitations . . . . .	88

2.26	Aspect d'un échantillon lin/époxy (a) avant et (b) après le vieillissement naturel de 220 jours . . . . .	89
3.1	Détermination des énergies de perforation visible et de premier endommagement visible (BVID) sur les échantillons lin/époxy de 4, 6 et 8 plis (L4, L6 et L8) . . . .	93
3.2	Courbes obtenues lors d'un essai d'impact avec une énergie de 15 J sur un échantillon lin/époxy 8 plis (L8I-15J) : a) accélération, b) vitesse, c) déflexion calculées à partir des données de l'accéléromètre et d) force en utilisant les données du capteur de force . . . . .	94
3.3	Courbe force/déflexion obtenue lors d'un essai d'impact avec une énergie de 15 J sur un échantillon lin/époxy 8 plis (L8I-15J) sans perforation (après lissage) . . . .	95
3.4	Courbes force/déflexion des échantillons lin/époxy 4 plis L4I . . . . .	96
3.5	Courbes force/déflexion des échantillons lin/époxy 6 plis L6I . . . . .	97
3.6	Courbes force/déflexion des échantillons lin/époxy 8 plis L8I . . . . .	98
3.7	Détermination de la valeur du premier endommagement à partir de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact pour les échantillons L8I . . . . .	99
3.8	Evolution de l'endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des échantillons lin/époxy 8 plis (L8) testés avec des énergies d'impact de a) 5 J, b) 10 J, c) 15 J, d) 20 J, e) 25 J, f) 30 J et g) 34 J (correspondant à l'énergie de perforation) - Les images des surfaces impactées et opposées à l'impact ont été prises sur les mêmes échantillons mais la présence du mouchetis sur la face opposée à l'impact donne un aspect différent au matériau . . . . .	100
3.9	Courbes force/déflexion pour des éprouvettes lin/époxy de 4, 6 et 8 plis impactées avec une énergie de 10 J . . . . .	101
3.10	Evolution des raideurs dynamiques des éprouvettes L4I, L6I et L8I en fonction de l'énergie d'impact $E_{imp}$ . . . . .	102
3.11	Evolution de la force de contact maximale des éprouvettes L4I, L6I et L8I en fonction de l'énergie d'impact $E_{imp}$ . . . . .	102
3.12	Images correspondant aux instants 1) $t_1$ , 2) $t_2$ et 3) $t_3$ durant un essai d'impact avec une énergie de 15 J sur un échantillon lin/époxy 8 plis (L8I-15J) . . . . .	103
3.13	Modification de l'image originale en utilisant un seuil sur les niveaux de gris . . . .	104
3.14	Evolution des longueurs moyennes des fissures à déflexion maximale en fonction de l'énergie d'impact pour des échantillons 8 plis (L8) . . . . .	104
3.15	Evolution du rapport $E_{abs}/E_{imp}$ des éprouvettes L4I, L6I et L8I en fonction de l'énergie d'impact $E_{imp}$ . . . . .	105
3.16	Reconstruction de la surface d'un échantillon au cours d'un impact a) sans fissuration de la face opposée à l'impact et b) avec fissuration . . . . .	106
3.17	Vecteurs de déplacement à déflexion maximale pour un composite L8I-5J (la direction est schématisée par les flèches et la norme par les niveaux de couleur) . .	107
3.18	Représentation a) des déplacements plans $dx$ et b) $dy$ ainsi que c) des directions des déplacements plans à déflexion maximale pour un composite L8I-5J . . . . .	107
3.19	Zones analysées pour réaliser les profils de déplacement suivant la position sur les axes a) $x$ et b) $y$ qui correspondent respectivement aux directions chaîne et trame du composite . . . . .	108
3.20	Evolution de la surface d'un échantillon lin/époxy 4 plis testé à 5 J (L4I-5J) - impact sans perforation . . . . .	109
3.21	Images de la face opposée à l'impact aux temps a) $t_1$ , b) $t_2$ , c) $t_3$ , d) $t_4$ , e) $t_5$ et f) $t_6$ pour l'essai réalisé sur un échantillon lin/époxy 4 plis avec une énergie de 5 J (L4I-5J) - impact sans perforation . . . . .	110
3.22	Evolution de la surface d'un échantillon lin/époxy 4 plis testé à 10 J (L4I-10J) - impact avec amorce de perforation . . . . .	111

3.23	Images de la face opposée à l'impact aux temps a) $t_1$ , b) $t_2$ , c) $t_3$ , d) $t_4$ , e) $t_5$ et f) $t_6$ pour l'essai réalisé sur un échantillon lin/époxy 4 plis avec une énergie de 10 J (L4I-10J) - impact avec amorce de perforation . . . . .	111
3.24	Evolution de la surface d'un échantillon lin/époxy 4 plis testé à 10 J avec perforation (L4I-10J-Perfo) - impact avec perforation complète . . . . .	113
3.25	Images de la face opposée à l'impact aux temps a) $t_1$ , b) $t_2$ , c) $t_3$ , d) $t_4$ , e) $t_5$ , f) $t_6$ , g) $t_7$ et h) $t_8$ pour l'essai réalisé sur un échantillon lin/époxy 4 plis avec une énergie de 10 J avec perforation (L4I-10J-Perfo) - impact avec perforation complète . . . . .	113
3.26	Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe horizontal $x$ en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L4 . . . . .	114
3.27	Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe vertical $y$ en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L4 . . . . .	115
3.28	Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe horizontal en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L6 . . . . .	115
3.29	Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe vertical en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L6 . . . . .	116
3.30	Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe horizontal en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L8 . . . . .	116
3.31	Evolution de la déflexion de la face opposée à l'impact à déflexion maximale suivant l'axe vertical en fonction de l'énergie d'impact pour les composites L8 . . . . .	117
3.32	Courbes force/déflexion des échantillons verre/époxy avec des épaisseurs de 4 (V4I), 6 (V6I) et 8 (V8I) plis impactés avec une énergie de 10 J, comparées aux courbes obtenues pour les échantillons lin/époxy (L4I, L6I et L8I) . . . . .	118
3.33	Endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des éprouvettes verre/époxy de 4, 6 et 8 plis impactées avec une énergie de 10 J : a) V4I-10J, b) V6I-10J et c) V8I-10J . . . . .	119
3.34	Courbes force/déflexion des échantillons 4 plis vieillis dans l'eau pendant 290 jours et impactés avec une énergie de 10 J (L4H9I-10J) . . . . .	120
3.35	Courbes force/déflexion des échantillons 6 plis vieillis dans l'eau pendant 290 jours et impactés avec une énergie de 10 J (L6H9I-10J) . . . . .	121
3.36	Courbes force/déflexion des échantillons 8 plis vieillis dans l'eau pendant 290 jours et impactés avec une énergie de 10 J (L8H9I-10J) . . . . .	122
3.37	Endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des éprouvettes de 4, 6 et 8 plis vieilles dans l'eau et impactées avec une énergie de 10 J : a) L4H9I-10J-1, b) L4H9I-10J-2, c) L6H9I-10J-1, d) L6H9I-10J-2, e) L8H9I-10J-1 et f) L8H9I-10J-2 . . . . .	123
3.38	Courbes force/déflexion des échantillons 4 plis vieillis naturellement et impactés avec une énergie de 10 J (L4VI-10J) . . . . .	124
3.39	Endommagement post-impact sur les faces impactées et opposées à l'impact des éprouvettes vieilles naturellement et impactées avec une énergie de 10 J : a) L4VI-10J-1, b) L4VI-10J-2, c) L4VI-10J-3 et d) L4VI-10J-4 . . . . .	125
3.40	Comparaison des courbes force/déflexion des échantillons non vieillis (L4, L6 et L8) et vieillis après immersion dans l'eau pendant 290 jours (L4H9, L6H9 et L8H9) après un impact de 10 J . . . . .	126
3.41	Courbes force/déflexion des échantillons 4 plis des scénarios 1 (L4I-10J), 3 (L4H9I-10J) et 4 (L4VI-10J) avec une énergie de 10 J . . . . .	127
3.42	Comparaison des raideurs dynamiques normalisées par rapport aux raideurs obtenus lors du scénario 1 avec un impact de 10 J durant les scénarios 1, 3 et 4 pour une énergie d'impact de 10 J (Sc1=Impact ; Sc3=Immersion/Impact ; Sc4= Vieillissement naturel/Impact) . . . . .	127

3.43	Comparaison des profils de déflexion des composites lin/époxy de 4 plis impactés avec une énergie de 10 J en fonction des scénarios (Sc.1 en bleu cyan, Sc.3 en magenta et Sc.4 en vert) aux instants caractéristiques de l'impact avec amorce de perforation (définis au paragraphe 3.3.3.1) $t_1$ , $t_2$ , $t_3$ , $t_4$ , $t_5$ et $t_6$ (de gauche à droite et de haut en bas) . . . . .	128
3.44	Comparaison des profils de déflexion des composites lin/époxy de 6 plis impactés avec une énergie de 10 J en fonction des scénarios (Sc.1 en bleu cyan et Sc.3 en magenta) aux instants caractéristiques de l'impact sans perforation (définis au paragraphe 3.3.3.1) $t_1$ , $t_2$ , $t_3$ , $t_4$ , $t_5$ et $t_6$ (de gauche à droite et de haut en bas) . . . . .	129
3.45	Comparaison des profils de déflexion des composites lin/époxy de 8 plis impactés avec une énergie de 10 J en fonction des scénarios (Sc.1 en bleu cyan et Sc.3 en magenta) aux instants caractéristiques de l'impact sans perforation (définis au paragraphe 3.3.3.1) $t_1$ , $t_2$ , $t_3$ , $t_4$ , $t_5$ et $t_6$ (de gauche à droite et de haut en bas) . . . . .	130
4.1	Courbes contrainte/déformation obtenue lors d'un essai de traction sur une éprouvette L8 : a) courbe complète et b) zone élastique avec régression linéaire . . . . .	135
4.2	Acquisition des images sur la face et sur la tranche de l'échantillon . . . . .	136
4.3	Dimensions des pas de grilles et des motifs (a) $16 \times 16$ pixels, b) $32 \times 32$ pixels, c) $64 \times 64$ pixels et d) $128 \times 128$ pixels) . . . . .	137
4.4	Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale obtenues lors d'un essai de traction sur un échantillon L8 par extensométrie mécanique et par DIC avec différents paramètres . . . . .	137
4.5	Dimensions des zones d'analyses : a) zone 1 et b) zones 1+2 . . . . .	138
4.6	Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale obtenues par extensométrie mécanique et par corrélation d'images réalisée sur les zones 1 et 1+2 . . . . .	138
4.7	Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale calculées avec les images de la tranche et celles de la face pour l'échantillon L8-1 . . . . .	139
4.8	Courbes contrainte nominale/déformation longitudinale des éprouvettes L8-1, L8-2 et L8-3 avec la déformation déterminée par corrélation d'images sur la face et la tranche et évaluation du module d'Young entre 8.5 et 12.3 GPa . . . . .	139
4.9	Analyse d'images sur la face d'un échantillon : a) Image initiale, b) Image analysée, c) déformations longitudinales $\epsilon_{xx}$ , d) déformations transverses $\epsilon_{yy}$ , e) directions des déformations et f) calcul du coefficient de Poisson à partir des déformations . . . . .	140
4.10	Mouchetis obtenus à partir des différents mélanges testés : a) pigments jaunes/bleus + éthanol, b) oxyde de fer + éthanol et c) talc/oxyde de fer + éthanol . . . . .	142
4.11	Comparaison du mouchetis optimisé (a) et du mouchetis réalisé avec les bombes de peinture (b) . . . . .	142
4.12	Détermination du module d'Young par extensométrie mécanique et par corrélation d'images . . . . .	143
4.13	Détermination du coefficient de Poisson en traçant la contrainte en fonction des déformations $\epsilon_{yy}$ et $\epsilon_{xx}$ obtenues par corrélation d'images . . . . .	143
4.14	Courbe force/déflexion issue d'un essai de flexion 3 points (échantillon bande L8) . . . . .	145
4.15	Résultats des essais de fatigue réalisés sur des échantillons de lin/époxy de 4, 6 et 8 plis et modèles de comportement . . . . .	146
4.16	Courbes de Wöhler avec les trois domaines de fatigue sur des composites à fibres tressées [227, 228] . . . . .	147
4.17	Evolution de la contrainte à rupture résiduelle normalisée en fonction de l'énergie d'impact pour les échantillons L4, L6 et L8 . . . . .	149
4.18	Evolution du module résiduel normalisé en fonction de l'énergie d'impact pour les échantillons L4, L6 et L8 . . . . .	150

4.19	Comparaison des propriétés de flexion (contrainte et module) résiduelles des échantillons L4, L6 et L8 fatigués puis impactés à 10 J, normalisées par les propriétés des échantillons non fatigués impactés à 10 J . . . . .	151
4.20	Comparaison des propriétés de flexion (contrainte et module) résiduelles des échantillons L4, L6 et L8 vieillis dans l'eau puis impactés à 10 J, normalisées par les propriétés des échantillons non vieillis impactés à 10 J . . . . .	153
4.21	Comparaison des contraintes à rupture en flexion 3 points des échantillons lin/époxy après les 4 différents scénarios en fonction du nombre de plis (Sc1=Impact; Sc2=Fatigue/Impact; Sc3=Immersion/Impact; Sc4=Vieillissement naturel/Impact) . . . . .	154
4.22	Comparaison des modules de flexion des échantillons lin/époxy après les 4 différents scénarios en fonction du nombre de plis (Sc1=Impact; Sc2=Fatigue/Impact; Sc3=Immersion/Impact; Sc4=Vieillissement naturel/Impact) . . . . .	155
4.23	Résultats des essais de fatigue réalisés sur des échantillons de lin/époxy de 4, 6 et 8 plis et modèles de comportement avant impact (L4, L6, L8) et après les scénarios 1 (L4I-10J, L6I-10J, L8I-10J) et 2 (L4FI-10J, L6FI-10J, L8FI-10J) . . . . .	156





## Liste des tableaux

1.1	Les différentes catégories de fibres végétales . . . . .	9
1.2	Comparaison des propriétés mécaniques de différentes fibres végétales et de la fibre de verre [10] . . . . .	12
1.3	Composition chimique des fibres de lin [1] . . . . .	14
1.4	Coefficients élastiques dans le plan de différents types de composites à fibres végétales . . . . .	17
1.5	Essais d'impact réalisés sur des matériaux composites à fibres végétales . . . . .	28
1.6	Energies de perforation de composites lin/epoxy et verre/epoxy [50] . . . . .	29
1.7	Essais de post-impact réalisés sur des matériaux composites . . . . .	32
2.1	Propriétés mécaniques de la résine avec un cycle de polymérisation de 24 h à température ambiante suivi de 16 h à 60°C (données fournisseur) . . . . .	60
2.2	Propriétés mécaniques de la fibre de lin [3] . . . . .	61
2.3	Propriétés mécaniques de la fibre de verre (données fournisseur) . . . . .	62
2.4	Paramètres appliqués lors du procédé d'infusion sous vide . . . . .	63
2.5	Evolution de la fraction volumique de fibres et du taux de porosité de composites sergé lin/époxy en fonction de leur épaisseur . . . . .	64
2.6	Caractéristiques des caméras et appareils photo utilisés . . . . .	64
2.7	Détermination des paramètres de diffusion et des prises de masse des échantillons de 4, 6 et 8 plis . . . . .	84
2.8	Tableau récapitulatif des différents essais . . . . .	90
3.1	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy 4 plis (L4I) . . . . .	96
3.2	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy 6 plis (L6I) . . . . .	97
3.3	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy 8 plis (L8I) . . . . .	99
3.4	Résultats des essais d'impact sur les échantillons verre/epoxy de 4 (V4I), 6 (V6I) et 8 (V8I) plis pour une énergie de 10 J . . . . .	118
3.5	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 4 plis non vieillis (L4I-10J) et après immersion dans l'eau pendant 290 jours pour une énergie de 10 J (L4H9I-10J) . . . . .	121
3.6	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 6 plis non vieillis (L6I-10J) et après immersion dans l'eau pendant 290 jours pour une énergie de 10 J (L6H9I-10J) . . . . .	121
3.7	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 8 plis non vieillis (L8I-10J) et après immersion dans l'eau pendant 290 jours pour une énergie de 10 J (L8H9I-10J) . . . . .	122
3.8	Résultats des essais d'impact sur les échantillons lin/epoxy de 4 plis après vieillissement naturel pour une énergie de 10 J (L4VI-10J), comparés à ceux des échantillons L4I-10J (non vieillis) et L4H9I-10J (vieillis 9 mois dans l'eau) . . . . .	124
4.1	Résultats des essais de traction avec extensomètre pour des échantillons lin/époxy de 8 plis . . . . .	135
4.2	Modules d'Young déterminés à partir de la corrélation d'images . . . . .	140

---

4.3	Coefficients de Poisson déterminés à partir de l'analyse par corrélation d'images non optimisée . . . . .	141
4.4	Résultats des essais de flexion pour des échantillons lin/époxy de 4, 6 et 8 plis sans vieillissement ni impact . . . . .	145
4.5	Résultats des essais de flexion pour des échantillons verre/époxy de 4, 6 et 8 plis sans vieillissement ni impact . . . . .	146
4.6	Résultats des essais de flexion en fonction des énergies d'impact et du nombre de plis (échantillons L4, L6 et L8) . . . . .	149
4.7	Résultats des essais de flexion post-impact pour les composites verre/époxy après un impact de 10 J . . . . .	150
4.8	Résultats des essais de flexion post-impact dans le cadre du scénario 2 pour les échantillons L4, L6 et L8 . . . . .	151
4.9	Résultats des essais de flexion post-impact dans le cadre du scénario 3 pour les échantillons L4, L6 et L8 . . . . .	152
4.10	Résultats des essais de flexion post-impact dans le cadre du scénario 4 pour les échantillons L4 . . . . .	153
4.11	Valeurs des coefficients du modèle de Basquin (équation 4.3) en fonction de l'épaisseur des échantillons lin/époxy et des scénarios . . . . .	157
A.1	Labellisation des échantillons . . . . .	XXVIII





## Annexe A : Labellisation des échantillons

Dans le cadre de cette étude et en particulier des scénarios, de nombreux types d'essais différents sont réalisés sur les échantillons. C'est pour cette raison qu'une labellisation spécifique a été mise en place afin de différencier les différents échantillons tout en ayant rapidement l'information concernant les sollicitations auxquelles ils ont été soumis. Deux types de matériaux ont été testés dans cette étude : des composites lin/époxy et des composites verre/époxy. La première lettre du nom de l'échantillon sera ainsi L ou V (pour lin ou verre). Les échantillons pouvaient également avoir 4, 6 ou 8 plis, et l'information apparaît donc en second, directement après le type de renfort. Dans les scénarios 2, 3 et 4, un vieillissement ou de la fatigue est mis en œuvre. Dans ce cas, le test de fatigue ou le type de vieillissement est indiqué : un F dans le cas de la fatigue, un H suivi d'un nombre correspondant à la durée de vieillissement en mois dans le cas du vieillissement hydrique (par exemple H9 pour vieillissement hydrique ayant duré 9 mois), et un V pour le vieillissement naturel. Dans le cas des matériaux non vieillis, rien n'est affiché. Enfin, les derniers termes correspondent à l'impact. S'il y a eu un impact sur le matériau, la lettre I sera indiquée, suivie de l'énergie d'impact utilisée. Ainsi, un échantillon 4 plis lin/époxy vieilli dans l'eau pendant 9 mois et impacté avec une énergie de 10 J sera noté L4H9I-10J. S'il n'y a pas d'impact, cela donnera juste L4H9. Pour un échantillon 4 plis verre/époxy impacté avec une énergie de 10 J sans vieillissement, cela donnera : V4I-10J. Le tableau A.1 récapitule les notations en fonction des différents paramètres.

	Matériau	Plis	Vieillissement ou fatigue	Durée du vieillissement	Impact	Energie
Lin	L					
Verre	V					
Nombre de plis		4, 6 ou 8				
Sans vieillissement/fatigue			-	-		
Fatigue			F	-		
Vieillissement hydrique			H	2 ou 9		
Vieillissement naturel			V	-		
Sans impact					-	-
Impact 5 J					I	5J
Impact 7.5 J					I	7.5J
Impact 10 J					I	10J
Impact 15 J					I	15J
Impact 20 J					I	20J
Impact 25 J					I	25J
Impact 30 J					I	30J
Impact 34 J					I	34J

Tableau A.1 – Labellisation des échantillons



# Étude du comportement mécanique à l'impact et en post-impact de matériaux composites à fibres végétales

## Résumé

Le travail de cette thèse concerne le comportement à l'impact basse vitesse et en post-impact de composites lin/époxy. L'étude porte sur des échantillons obtenus à partir d'un procédé d'infusion sous vide d'un assemblage de renforts tissés sergé 2/2 composés de 4, 6 ou 8 plis. Différents essais d'impact ont été réalisés au moyen d'une tour de chute instrumentée de capteurs (force et accéléromètre) et de deux caméras numériques rapides. Ces dernières filment la face opposée à l'impact de l'échantillon et une technique de stéréo-corrélation d'images numériques a été mise en œuvre afin d'analyser finement le comportement du composite lors de l'impact. Les séquences d'images acquises ont également été post-traitées pour la détection et le suivi des fissures, en particulier à la déflexion maximale. Par ailleurs, des essais de flexion et de fatigue ont été menés sur les échantillons impactés afin de caractériser leurs propriétés résiduelles post-impact et de les comparer aux résultats obtenus sur des échantillons sains. Un lot d'échantillons a subi des sollicitations précédant l'impact telles que de la fatigue et du vieillissement hydrique ou naturel afin d'analyser le comportement post-impact du matériau à différentes étapes de son cycle de vie.

Les résultats de l'étude mettent en évidence que (i) le matériau avec 6 plis peut constituer un bon compromis entre un gain de masse et des propriétés à l'impact et post-impact intéressantes. Ses propriétés résiduelles normalisées après un impact de 10 J sont par exemple du même ordre que celles du 8 plis. (ii) En fonction de l'énergie d'impact, un comportement du matériau en trois stades menant à la perforation a été mis en évidence. Même pour une faible énergie sans endommagement macroscopique visible en surface, les matériaux subissent une perte de propriétés : la contrainte à rupture et le module en flexion diminuent respectivement de 21% et 10% pour le 8 plis à 5 J. Les propriétés se stabilisent ensuite avant de diminuer à nouveau lorsque le niveau d'énergie se rapproche de l'énergie de perforation. (iii) La mise en place de scénarios représentatifs du cycle de vie du matériau a montré que le vieillissement hydrique conduit à une baisse des propriétés mécaniques des matériaux, particulièrement significative pour la raideur dynamique et le module de flexion. Ce vieillissement agressif modifie aussi leur comportement à l'impact. Le vieillissement naturel n'a quant à lui pas montré d'influence notable.

**Mots-clés :** Composites tissés lin/époxy, Impact, Caractérisation mécanique post-impact, Corrélation d'images numériques (DIC), Stéréo-Corrélation d'images (SIC), Mesures de champs, Imagerie rapide, Vieillissement

## Abstract

This PhD research work aims at studying the low velocity impact and post-impact behaviour of flax/epoxy composites. The samples were manufactured using a vacuum infusion process and the reinforcement was a 2/2 twill weave fabric. Samples of 4, 6 and 8 plies have been studied. The experimental device used for impact tests was an instrumented (force and accelerometer) drop tower and was associated to two high-speed cameras. Those cameras captured pictures of the back impact surface of the sample during the impact in order to sharply analyse the behaviour of the composites during impact. The video footages have also been post-treated to detect the cracks and follow their evolution, especially at maximum deflection. Furthermore, bending and fatigue tests have been carried out on the impacted samples so that their residual post-impact properties can be assessed and compared to those obtained on the untested samples. A batch of samples was submitted to pre-impact loadings or ageing such as fatigue, hydric ageing or natural ageing in order to analyse the post-impact behaviour of the material at different steps of its life cycle.

Several conclusions can be drawn from the results of the study. (i) The 6 plies sample can be a good compromise between a mass gain and interesting impact and post-impact properties. For instance, its normalised residual properties after a 10 J impact are similar to those of the 8 plies sample. (ii) A material's behaviour in three stages conducting to perforation has also been highlighted. Even at low energy and without easily visible damage on the surface, the materials show a loss of properties. The strength and the stiffness decrease respectively by 21% and 10% for the 8 plies sample with an impact energy of 5 J. The properties then stabilise before decreasing again when the value of the impact energy gets close to the perforation energy. (iii) The implementation of different scenarios representing the life cycle of the material has shown that the hydric ageing lowers the mechanical properties of the materials. It is particularly obvious concerning the dynamic stiffness and the flexural modulus. This aggressive type of ageing also changes their impact behaviour. As of the natural ageing, it doesn't show any significant influence on the properties of the materials.

**Keywords :** Woven flax fibre reinforced epoxy composites, Impact, Post-impact mechanical characterisation, Digital Image Correlation (DIC), Stereo Image Correlation (SIC), Full field measurements, High-speed imaging, Ageing

