MEMOIRE DE DOCTORAT DE

L'ECOLE CENTRALE DE NANTES

ECOLE DOCTORALE N° 602
Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes
Spécialité : *Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces*

Par

Wassim GUERFALA

Elaboration de bio-composite hybride à matrice thermoplastique : formulation optimale et modélisation du comportement statique en vue d'une application pour pièces de structure dans l'automobile

Projet de recherche doctoral présenté et soutenu à l'École Centrale de Nantes le 16 octobre 2023
Unité de recherche : UMR 6183, Institut de Recherche en Génie Civile et Mécanique (GeM)

Rapporteurs avant soutenance :

Karine CHARLET	Maître de conférences, HDR, SIGMA Clermont, Aubière
Franck LAURO	Professeur des universités, Université Polytechnique Hauts-de-France

Composition du Jury :

Président :	Johnny BEAUGRAND	Directeur de recherche, INRAE Pays de la Loire
Examinateurs :	Karine CHARLET	Maître de conférences, HDR, SIGMA Clermont, Aubière
	Franck LAURO	Professeur des universités, Université Polytechnique Hauts-de-France

Directeur de recherches doctorales : Patrick ROZYCKI Professeur des universités, École Centrale de Nantes
Co-dir. de recherches doctorales : Christophe BINETRUY Professeur des universités, École Centrale de Nantes

COLLEGE SCIENCES
DOCTORAL DE L'INGENIERIE
PAYS DE LA LOIRE ET DES SYSTEMES

Titre : Elaboration de bio-composite hybride à matrice thermoplastique : formulation optimale et modélisation du comportement statique en vue d'une application pour pièces de structure dans l'automobile

Mots clés : matériaux bio composites, composite hybride, homogénéisation, thermocompression

Résumé : L'impact environnemental devient un sujet de plus en plus important dans l'industrie automobile, ce qui pousse les constructeurs à réduire les émissions de CO2 à travers des motorisations propres et à travers l'allègement des structures. Les matériaux composites, associant légèreté et résistance mécanique, présentent une bonne alternative aux aciers standards avec une réduction de masse considérable. L'objectif principal de notre étude est l'application des matériaux bio-composites dans la structure automobile.
Pour répondre aux différentes exigences mécaniques, thermiques et économiques, le premier objectif de ce travail est de développer un matériau composite hybride à base de deux fibres naturelles ayant des caractéristiques complémentaires permettant d'optimiser les performances du composite, tout en garantissant une homogénéité de son comportement mécanique. Le second objectif concerne l'élaboration d'un outil numérique qui permettrait un pré-dimensionnement rapide de structures qui prend en compte les particularités de ce type de matériau composite hybride. En effet, les exigences et les demandes au sein de l'industrie automobile évoluent rapidement et d'une manière continue, il est nécessaire de pouvoir produire une réponse rapide et à moindre frais (les campagnes expérimentales sont souvent longues et coûteuses pour des matériaux sensibles et encore plus quand ces derniers sont influencés par les conditions environnementales).

Title: Elaboration of hybrid bio-composites with thermoplastic matrix: optimal formulation and modeling of the static behavior for an automotive structural application parts

Keywords: Biocomposite materials, hybrid composite, homogenisation, thermocompression

Abstract: The environmental impact is becoming increasingly important in the automotive industry, pushing OEMs to reduce CO2 emissions through clean engines and structural weight reduction. Composite materials, combining lightness and mechanical strength, offer a good alternative to standard steels with a considerable weight reduction. This study mainly aims to apply bio-composite materials in the automotive structure.
To meet the various mechanical, thermal and economic requirements, the first objective of this study is to develop a hybrid composite material based on two natural fibers with complementary characteristics to optimize its performance while guaranteeing the homogeneity of its mechanical behavior. The second objective is the development of a numeric tool that would allow rapid pre-design of structural parts reinforced with this hybrid composite material. Indeed, the obligations of the automotive industry are quickly and continuously changing; it is necessary to provide quick and cost-effective responses (compared to the long and expensive experimental campaigns especially when there is sensitivity to the environmental conditions to consider)

Remerciement

Je tiens au début à remercier le Professeur Patrick ROZYCKI ainsi que le Professeur Christophe BINETRUY pour leur encadrement, soutien et conseils tout au long de la thèse. Grace à vous j'ai pu apprendre des nouvelles connaissances et évoluer en permanence.

Je remercie également l'entreprise bertrandt pour leur confiance et pour m'avoir donné l'opportunité de concrétiser ma proposition de matériaux bio composite. Un grand merci à Monsieur Mohamed IDLAHCEN de l'équipe Caisse en Blanc et à Monsieur Oliver TAQUE de l'équipe R&I pour leur encadrement.

Je tiens à remercier aussi les membres du Jury Madame Karine CHARLET, Monsieur Franck LAURO et Monsieur Johnny BEAUGRAND pour avoir accepté d'examiner ma mémoire de thèse.

Merci à l'équipe du GeM pour leur accueil et leur coopération et merci également aux équipes du laboratoire des composites et du CRED pour leur accompagnement et aide.

Enfin, je remercie ma famille et surtout mes parents pour leur encouragement et prières durant toutes les phases de la thèse.

SOMMAIRE

SOMMAIRE **4**

NOTATION **7**

INTRODUCTION **9**

CHAPITRE I : ETAT DE L'ART **12**

1 LES FIBRES **12**

1.1 NATURES DES FIBRES 13

1.1.1 Fibres animales *14*

1.1.2 Fibres minérales *14*

1.1.3 Fibres végétales *14*

1.2 CHOIX DES MATERIAUX 16

1.2.1 Fonction principale *16*

1.2.2 Fonctions de contraintes *16*

1.2.3 Classification des critères *17*

1.2.4 Classement des matériaux *18*

2 MATRICES **20**

2.1 LES THERMODURCISSABLES 21

2.2 LES THERMOPLASTIQUES 22

3 MATERIAUX BIO-COMPOSITES **24**

3.1 LE LIN 25

3.1.1 Comportement en traction des fibres unitaires *26*

3.1.2 Influence de l'humidité et de la température *26*

3.2 LE BASALTE 27

3.2.1 Fabrication et constituants *28*

3.2.2 Caractéristiques mécaniques *29*

3.3 LE PA 11 29

3.3.1 Synthèse et cristallinité *29*

3.3.2 Caractéristiques du PA11 ..... *30*

3.4 MATERIAUX COMPOSITES HYBRIDES 32

3.4.1 Amélioration des performances mécaniques *32*

3.4.2 Effet de la répartition des couches *33*

4 METHODES D'HOMOGENEISATION **35**

5 CONCLUSIONS **37**

CHAPITRE II : ELABORATION DES MATERIAUX **39**

6 INTRODUCTION **39**

7 PROCEDES DE FABRICATION **39**

7.1 RTM (RESIN TRANSFER MOULDING) 39

7.2 COMPRESSION SMC (SHEET MOLDING COMPOUND) 40

8 LA THERMOCOMPRESSION **41**

8.1 PROTOCOLE DE FABRICATION 43
8.2 TAUX DES FIBRES 44
9 CONDITIONNEMENT 45
9.1 CONDITIONNEMENT HR0 48
9.2 CONDITIONNEMENT HR50 49
9.3 CONDITIONNEMENT HR85 52
10 CONCLUSION 53
CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE 56
1 INTRODUCTION 56
2 SPECIFICATIONS EXPERIMENTALES 56
2.1 MATRICE D'ESSAIS 56
2.2 EPROUVETTES UTILISEES 57
2.3 MACHINE D'ESSAI ET MOYEN DE MESURE 57
2.4 TRAITEMENT DES DONNEES EXPERIMENTALES 58
3 CARACTERISATION EXPERIMENTALE A L'ETAT SEC HR0 60
3.1 CARACTERISATION DE LA MATRICE PA11 60
3.2 CARACTERISATION DU COMPOSITE LIN/PA11 61
3.3 CARACTERISATION DU COMPOSITE BASALTE/PA11 63
3.4 CARACTERISATION DU COMPOSITE HYBRIDE5050/PA11 65
3.5 COMPARAISON DES RESULTATS EXPERIMENTAUX 66
3.6 DISPERSION DES RESULTATS 68
3.7 CONCLUSION 70
4 CARACTERISATION EXPERIMENTALE POUR HR50 ET HR85 70
4.1 CARACTERISATION DE LA MATRICE PA11 70
4.2 CARACTERISATION DU COMPOSITE LIN /PA11 71
4.3 CARACTERISATION DU COMPOSITE BASALTE/PA11 74
4.4 CARACTERISATION DU COMPOSITE HYBRIDE5050/PA11 77
4.5 COMPARAISON DES RESULTATS EXPERIMENTAUX 79
4.6 DISPERSION DES RESULTATS 80
4.7 CONCLUSION 82
5 COMPARAISON HYBRIDE5050/PA11 ET HYBRIDE3070/PA11 82
5.1 CARACTERISATION DU COMPOSITE HYBRIDE3070/PA11 83
5.2 COMPARAISON DES RESULTATS EXPERIMENTAUX 85
5.3 CONCLUSION 86
6 ETUDE MICROSTRUCTURALE 87
6.1 MICROSCOPIE OPTIQUE 87
6.2 TOMOGRAPHIE AUX RAYONS X 88
6.3 ETUDE MICROSCOPE A BALAYAGE ELECTRONIQUE 89
7 CONCLUSION 91
CHAPITRE IV : HOMOGENEISATION NUMERIQUE EN ELASTICITE LINEAIRE ET NON LINEAIRE DES BIO-COMPOSITES 94
1 INTRODUCTION 94

2 METHODE D'HOMOGENEISATION 94

3 ETUDE DU COMPORTEMENT ELASTIQUE LINEAIRE 98

3.1 MISE EN DONNEES 98
3.2 RESULTATS DE L'HOMOGENEISATION A HR0 99
3.3 IMPACT DE L'HYGROMETRIE 103

4 ETUDE DU COMPORTEMENT NON LINEAIRE DU COMPOSITE LIN/PA11 105

4.1 MATRICE PA11 105
4.2 IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE LA LOI DE COMPORTEMENT POUR LA FIBRE DE LIN 107
4.3 MODELISATION DU COMPORTEMENT DU COMPOSITE HYBRIDE5050/PA11 109

5 ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ECHELLE D'HYBRIDATION SUR LE COMPORTEMENT ELASTIQUE 111

CONCLUSION 113

BIBLIOGRAPHIES 115

NOTATION

Abréviation et symboles matériaux

- CFN : Composites à fibres naturelles
- GFRP : Glass Fiber Reinforced Polymer /composites à fibres de verre
- PA11 : Polyamide 11
- Hybride5050 : Composite hybride 50% lin, 50% basalte
- Hybride3070 : Composite hybride 70% lin, 30% basalte
- PEEK : Polyéther éther cétone
- PP : Polypropylène
- PES : Polyéther sulfones
- PVC : Polychlorure de vinyle
- h : Epaisseur éprouvette
- l : Largeur éprouvette
- Lu : Longueur utile éprouvette
- L : Longueur éprouvette
- V_m : Fraction volumique de matrice
- V_f : Taux de fibres
- M_f : Masse des fibres
- M_c : Masse du composite
- ρ_f : Masse volumique des fibres
- ρ_m : Masse volumique de la matrice

Abréviation et symbole procèdes de fabrication

- SMC : Sheet Molding Compound)
- RTM : Resin Transfer Moulding
- Tf : Température de fusion
- Tg : Température de transition vitreuse

Abréviation et symboles conditionnement

- HRO : Hygrométrie relative 0
- HR5O : Hygrométrie relative 50
- HR85 : Hygrométrie relative 85
- Mt : Teneur en humidité Mt
- m_0 : Masse initiale
- m_t : Masse de l'éprouvette

Abréviation et symboles étude expérimentale

- $(O, \vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$: Repère global

- $(O, \vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$. : Repère local
- F : Force appliquée
- S_0 : Section initiale de l'éprouvette
- $\sigma_{\boldsymbol{n}}$: Contrainte conventionnelle
- ε_n : Déformation conventionnelle
- $\sigma_{\boldsymbol{vraie}}$: Contrainte vraie
- $\boldsymbol{\varepsilon_{vraie}}$: Déformation vraie
- E_{x1} : Module longitudinal selon la direction de traction
- E_{x2} : Module transversal selon la direction de traction
- E_{11} : Module longitudinal selon la direction des fibres
- E_{22} : Module transversal selon la direction des fibres
- G_{12} : Module de cisaillement selon la direction des fibres
- ν_{12} : Coefficient de Poisson
- θ : Angle de déviation des fibres
- σ_y : Limite d'élasticité,
- σ_1 : Contrainte ultime,
- H : Terme linéaire de la loi d'écrouissage isotrope,

Abréviation et symboles étude expérimentale

- VER : Volume Elementaire Représentatif
- KUBC : Kinematic Boundary Condition
- SUBC : Static Uniform Boundary Conditions
- PBC : Periodic Boundary Condition
- Σ : Tenseur des contraintes homogénéisées
- E : Tenseur des déformations homogénéisées
- σ : Tenseur des contraintes et
- ε: Tenseur des déformations
- V : Volume de la cellule du VER

Introduction

L’impact environnemental devient un sujet de plus en plus important dans l’industrie automobile, ce qui incite les constructeurs à réduire les émissions de CO2 à travers une motorisation propre mais aussi à travers l’allègement de structure. Une diminution de masse de 100 kg réduit la consommation de carburant de 0,4 l/100 km ou les émissions de CO2 de 10 g/km. Les matériaux composites offrent une excellente alternative aux aciers standard, avec une réduction significative du poids et la possibilité de produire des pièces fonctionnelles [1],[2],[3]. Le potentiel de réduction de masse offert par les composites organiques par rapport à l’acier standard se situe entre 40% et 60 % [18].

L'application des matériaux composites reste limitée dans l'industrie automobile en raison de diverses contraintes techniques, économiques et environnementales. La connaissance des aspects techniques de la fabrication (procédés et cadences de production), du comportement mécanique de ces matériaux hétérogènes (loi de comportement et outils de simulation) et de leur durée de vie est encore insuffisante pour une production de masse. Sur le plan économique, le prix élevé des fibres, telles que les fibres de carbone, et le coût de fabrication élevé lié au temps de cycle sont les principaux obstacles au développement de ces matériaux. L'objectif principal de ces travaux de recherche est de définir un nouveau concept pour les pièces automobiles semi-structurelles dont on peut citer : un capot de voiture, la peau externe d’une porte de voiture ou un tableau de bord. Ces pièces sont des pièces de formes soumises à de faibles contraintes mécaniques. Elles doivent répondre aux diverses exigences industrielles tout en respectant les réglementations environnementales.

Les deux aspects écologiques et économiques représentent les deux enjeux principaux de cette étude :

- Réduction des émissions de CO2 à travers l’allègement de structure
- Intégration des matériaux bio-composite dans la structure automobile

De nombreuses recherches et progrès ont été enregistrés cette dernière décennie dans le domaine de l’amélioration de la performance mécanique des composites à fibres naturelles (CFN). Ceci provient de l'amélioration de la sélection de l’extraction et du traitement des fibres et de l'interface, de la résistance à l’humidité, de la durabilité [1-4]. Les CFN affichent des performances comparables aux composites à fibres de verre (GFRP) en termes de rigidité et de coût : les valeurs de résistance à la traction et à l'impact sont voisines de celles des GFRP. Les densités inférieures des CFN conduisent à des propriétés spécifiques supérieures à celles des GFRP, en particulier pour les composites renforcés de fibres de lin. Différents matériaux bio-composites à base de fibres naturelles et de matrices bio-sourcées sont utilisés dans l'industrie [8],[9],[10],[46] grâce à leur potentiel de réduction de la masse [2], [12],[13],[9], leur limitation de l'impact environnemental [15],[16],[17],[26] et leur bonne

recyclabilité [27]. Le choix de ces matériaux est essentiel, il est lié aux propriétés finales requises pour les pièces semi-structurelles.

Les performances des composites peuvent être aussi améliorées et/ou adaptées par hybridation des fibres [5-7]. Le concept est une extension simple du principe des alliages consistant à combiner deux ou plusieurs matériaux afin d'optimiser leurs performances, permettant d'exploiter leurs propriétés distinctives tout en réduisant les effets des propriétés les moins souhaitables [9],[26],[28],[33]. Les propriétés mécaniques du composite hybride (fibre A et fibre B) sont souvent la moyenne pondérée des propriétés mécaniques respectives des deux fibres. Une meilleure combinaison peut créer un effet de synergie qui améliore les propriétés du composite hybride par rapport aux composites renforcés par un seul type de fibre [4],[32].

Enfin de façon à maximiser le caractère bio-sourcé des composites, la matrice peut être elle aussi issue de ressources renouvelables. Des analyses ont été conduites avec une matrice PA11 et ont montré que des composites basalte/PA11 de bonne qualité pouvaient être obtenus [15].

L'objectif de la thèse sera de développer un nouveau matériau composite hybride bio-sourcé à base de fibres de lin et de basalte et de matrice thermoplastique Rilsan PA11 en optimisant les paramètres de constitution. La démarche de développement du matériau s'appuiera sur des modèles pour guider la conception du matériau vis-à-vis du comportement statique. L'élaboration de semi-produit de type préimprégné sera également étudiée dans le but de définir des paramètres de consolidation prenant en compte la présence de deux natures de fibres. On pourra utiliser des modèles établis pour les renforts à double échelle de porosité pour déterminer les conditions opératoires conduisant à une imprégnation complète. L'imprégnation et la consolidation pourra se faire soit en autoclave ou sous presse à plateaux chauffants. La réalisation directe des stratifiés consolidés sera également étudiée. Ensuite, une étude des caractéristiques mécaniques des composites développés sera réalisée à travers des essais de traction en quasi statique pour différentes orientations (0°, 45° et 90°) et pour différents niveaux d'humidité. Enfin, une homogénéisation numérique multi-échelle permettra de comparer les propriétés mécaniques numériques aux résultats expérimentaux moyennant l'outil d'homogénéisation numérique Multi scale Designer.

Chapitre I
Etat de l’art

Chapitre I : Etat de l'art

Un matériau composite est la combinaison de deux matériaux non miscibles composé de renfort et de matrice. Le renfort sous forme de fibre procure de la rigidité au matériau composite alors que matrice permet de transmettre les sollicitations auxquelles est soumise la pièce [18].

Ce nouveau matériau hétérogène possède des propriétés mécaniques meilleures que celles de ses composants. L'étude de son comportement ainsi que de son homogénéité dépend des phénomènes physiques à des niveaux différents, échelle microscopique, échelle misoscopique et échelle macroscopique [112].

1 Les Fibres

Le renfort assure la tenue mécanique du matériau composite et reprend en majorité les efforts appliqués. Les fibres se présentent sous plusieurs formes en fonction des caractéristiques recherchées et selon la méthode de fabrication adoptée.

Les fibres sont classées selon leurs :

- Formes : Particule, courte et longue
- Dispositions : Mat ou tissé
- Natures : Synthétique ou naturel

Les renforts des matériaux composites sont classés en trois catégories (Figure 1) en fonction des types d'applications et des sollicitations mécaniques : les particules se présentent sous forme de grains de nature différente, ils permettent de modifier les performances mécaniques, thermiques et électriques du matériau et d'améliorer l'aspect de surface [18]. Les fibres courtes (dont la taille varie entre 0.1 et 1 mm) permettent de renforcer les résines et avoir un module d'élasticité trois fois plus important que la résine seule [18]. Les fibres longues ou continue ont l'aptitude d'avoir une orientation préférentielle qui permet de répondre à des sollicitations plus importantes selon des directions prédéfinies [18].

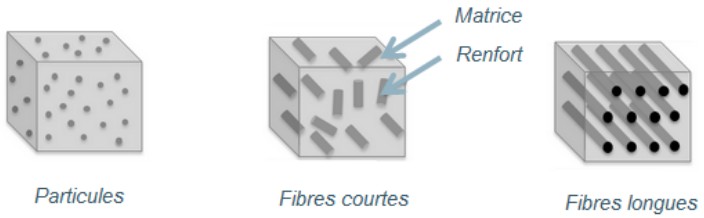


Figure 1 Les formes des renforts

Il existe plusieurs types de tissage (Figure 2) qui permettent de modifier les caractéristiques mécaniques du produit final, nous citons la toile ou taffetas, le sergé et le satin. Cette différence d'architecture de tissage permet d'avoir des caractéristiques spécifiques à de chaque tissu. En effet le satin se distingue par sa souplesse qui facilite la mise en forme de pièces complexe, les taffetas sont très rigides et sont moins performants mécaniquement. Enfin le sergé a une bonne résistance au cisaillement plan et permet d'avoir une bonne drapabilité [19].

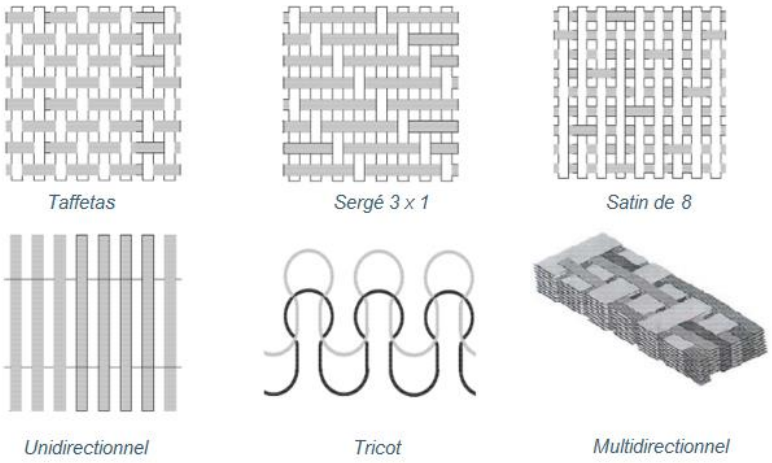


Figure 2 Différents types de tissage

1.1 Natures des fibres

Nous distinguons deux types de fibres, les fibres naturelles et les fibres chimiques. Les fibres chimiques sont réparties à leur tour en deux familles : les fibres artificielles et les fibres synthétiques qui sont toutes les deux le résultat de la transformation chimique de substances d'origines différents [19]. Les fibres naturelles présentent des bonnes performances mécaniques, des coûts de production faibles, un aspect renouvelable (matériau bio source) et une facilité de recyclage. Il existe différents types de fibres naturelles qui varient selon leurs origines, leurs caractéristiques et leurs applications [19].

Nous distinguons trois principaux types de fibres naturelles qui sont (Figure 3) :

- Fibres animales
- Fibres minérales
- Fibres végétales

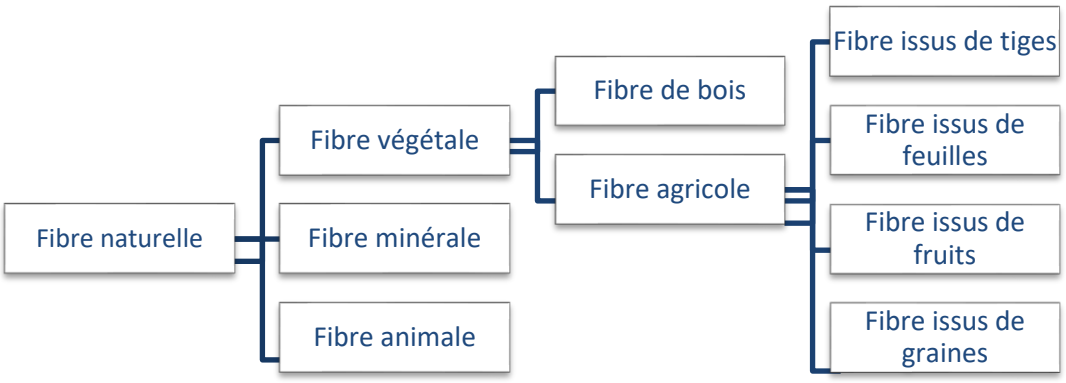


Figure 3 Diagramme représentatif des différents types de fibres naturelles

1.1.1 Fibres animales

Les fibres animales sont composées de substances organiques ou protéiniques et se présentent sous trois principales formes :

- Laines
- Poile
- Soies

Elles sont utilisées essentiellement pour l'industrie du textile.

1.1.2 Fibres minérales

Les renforts d'origine minérale sont principalement à base de silicium les plus courants étant l'amiante et le basalte. Le basalte est une roche magmatique volcanique issue d'un magma refroidi. Il représente l'un des constituants principaux de la croûte océanique. Le basalte présente des propriétés intéressantes : très bonne résistance au feu, coût abordable et une bonne résistance mécanique [5].

Pour les fibres minérales, nous allons utiliser le basalte vu ses propriétés mécaniques et thermiques intéressantes. Il faut noter que les autres matériaux présentent des risques sur l'environnement et sur la santé des utilisateurs.

1.1.3 Fibres végétales

Une fibre végétale est une expansion cellulaire filiforme de forme allongée et principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. Elle peut être soit isolée soit composée avec d'autres faisceau de fibres.

La majorité des fibres ont une longueur qui varie entre 10 et 150 mm et un diamètre allant de 10 à 50 µm [5]. Nous pouvons subdiviser les fibres végétales selon leurs origines :

- Feuilles : Abaca, Agave, Sisal
- Tiges ou tronc : Lin, Chanvre, Ortie, Bois, Jute, Kenaf
- Graines : Coton, Kapok
- Fruits : Coco

Nous représentons dans le Tableau 1 les caractéristiques mécaniques, physiques et thermiques des fibres naturelles choisis.

Nous remarquons que tous les fibres végétales se caractérisent par leurs légèreté avec une densité qui ne dépasse pas 1.51 g/cm^3 comparée à celle de la fibre de Verre 2.54 g/cm^3, elles permettent d'avoir une bonne isolation thermique avec une conductivité thermique faible (0.037 W/m.k) et elles ont un coût réduit qui reste concurrentielle à celui du Verre. Néanmoins, les fibres végétales restent sensibles à l'humidité avec un taux d'absorption important qui peut atteindre les 25 % pour le Coco, cette humidité réduit les propriétés mécaniques de la fibre. Pour cela la résistance à l'humidité reste un critère indispensable pour le choix des matériaux. Dans cette étude la résistance à l'humidité est quantifiée par le taux d'absorption d'eau, un faible taux d'absorption d'eau correspond à une bonne résistance à l'humidité.

Propriétés	**Type de fibres**								
	Lin	**Chanvre**	**Jute**	**Ramie**	**Coco**	**Sisal**	**Coton**	**Basalte**	**Verre**
Résistance à la traction (MPa)	800-1500	550-900	400-800	550	220	600-700	400	4000	3400
Module d'élasticité (E) (GPa)	52	70	10-30	44	6	38	12	89	73
(E/densité) spécifique	37	47	7-21	29	5	29	8	34	28.7
Allongement à la rupture (%)	1.2-1.6	1.6	1.8	2	15-25	2-3	3-10	3.15	4.6
Absorption d'eau (% de la masse)	7	8	12	12-17	10	11	8-25	0.03	
Densité	1.4	1.48	1.46	1.5	1.25	1.3	1.51	2.7	2.54
Conductivité thermique (W/m.k)	0.037	0.039	0.0359	-	-	0.034	-	0.031	0.8
Coût (euro/kg)	0.56-0.61	0.6-1.3	0.27	-	0.8	0.31	0.49	3	1.5
Tenue thermique (C°)	190-210	220	200	-	-	215	190	560-600	550
Consommation d'énergie de production KWh	1-4.16	-	-	-	-	-	-	5.5-9	-

Tableau 1 Tableau récapitulatifs des propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles [17], [20],[21],[27],[41],[42],[43],[44],[45],[58]

1.2 Choix des matériaux

Les fibres naturelles présentent des caractéristiques mécaniques différentes qui varient en fonction de leurs compositions chimiques. Nous avons réalisé une étude comparative des différentes fibres à travers une analyse fonctionnelle afin de bien choisir notre combinaison de fibres.

1.2.1 Fonction principale

Dans la logique de notre de démarche d'allègement de la structure, nous cherchons à utiliser des matériaux composites naturels pour le développement de pièces semi-structurelle dans l'industrie automobile tout en respectant les différentes contraintes techniques, économiques et industrielles.

La fonction principale de notre biomatériau consiste à garantir des bonnes performances mécaniques et thermiques pour les pièces semi structurelles.

1.2.2 Fonctions de contraintes

Nous avons établi les fonctions de contraintes qui permettront de valider le choix des fibres naturelles à utiliser et à étudier (Figure 4).

- FC1 : Le matériau bio-composite a des bonnes performances mécaniques susceptibles de résister aux charges mécaniques appliquées
- FC2 : Le matériau bio-composite se caractérise par une faible densité comparée aux matériaux ordinaire (aluminium et acier)
- FC3 : Le matériau bio-composite permet d'avoir une bonne isolation thermique
- FC4 : Le matériau bio-composite a une bonne résistance à l'humidité
- FC5 : Le matériau bio-composite est intégralement recyclable
- FC6 : Le matériau bio-composite a un coût raisonnable
- FC7 : Le matériau bio-composite permet de respecter les normes de sécurité

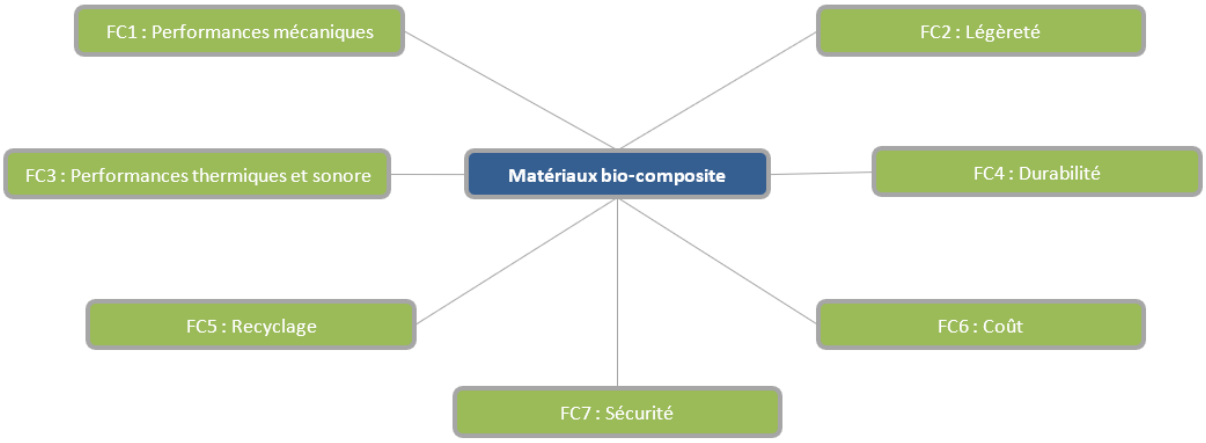


Figure 4 Fonctions de contraintes

Nous pouvons affecter à chaque fonction de contrainte un ou plusieurs critères de choix, ils sont détaillés dans le Tableau 2.

Fonction de contraintes le composite	Critère de choix pour le matériau
Performances mécaniques	Bonne rigidité et résistance mécanique
Légèreté	Légèreté de la structure
Durabilité	Résistance à l'humidité
Sécurité	Bonne absorption de choc
	Résistance chimique
	Toxicité
	Tenue thermique
Coût	Coût de matière première
Performances thermiques et sonores	Isolation sonore et thermique
Recyclage	Matériaux biodégradables + faible coût énergétique

Tableau 2 Tableau des critères de choix des matériaux

1.2.3 Classification des critères

La sécurité et les performances mécaniques du matériau composite sont les principaux critères de dimensionnement des structures automobiles. Ensuite la légèreté qui permet de réduire les émissions de CO2 et l'amélioration de l'autonomie. Enfin, le recyclage des matériaux biodégradable. Le classement des critères nous permettra de faciliter le choix du matériau adéquat à notre besoin (Tableau 3).

Classe	Flexibilité	Coefficient
F0	Flexibilité nulle	4
F1	Flexibilité Faible	3
F2	Flexibilité Bonne	2
F3	Flexibilité Forte	1

Tableau 3 Tableau de pondération

Nous associons à chaque critère un niveau de criticité pondéré par un coefficient de pondération variant de 1 à 4 (Tableau 3).

Critères	Classification
Résistance mécanique	F0
Densité volumique (Légèreté)	F0
Matériaux biodégradables + faible coût énergétique	F0
Coût	F0
Résistance à l'humidité	F0
Tenue thermique	F1
Résistance chimique	F2
Isolation thermique	F2
Isolation sonore	F3

Tableau 4 Tableau de classification des critères de choix

La résistance mécanique, la densité volumique, le coût et l'aspect biodégradable du matériau présentent les critères indispensables pour répondre aux fonctions de contraintes pour notre application industrielle.

1.2.4 Classement des matériaux

Nous avons affecté à chaque matériau et pour chaque critère une note qui varie entre 1 et 3 en se référant aux caractéristiques mécaniques et thermiques trouvées dans la littérature (Tableau 5).

La grille de notes ainsi que le tableau de pondération nous ont permis de dresser le classement des fibres naturelles et minérale (Tableau 6) dans lequel figure les différentes notes de chaque matériau. Cette notation a été faite selon l'équation (1).

Caractéristiques mécaniques et physiques	Valeurs	Note
Résistance à la traction (MPa)	[200-600]	1
	[600-1000]	2
	[1000-4000]	3
Module d'élasticité (E) (GPa)	[6-38]	1
	[38-60]	2
	[60-90]	3
Allongement à la rupture (%)	[1.2-2]	1
	[2-3.15]	2
	[3.15-25]	3
Densité (g/cm^3)	[1.6-2.7]	1
	[1.4-1.6]	2
	[1.2-1.4	3
Résistance à l'humidité (%)	[10-25]	1
	[1.5-10]	2
	[0.03]	3
Conductivité thermique (W/m.k)	[0.034-0.039]	1
	[0.034]	2
	[0.031]	3
Coût (euro/kg)	[1.3-3]	1
	[0.6-1.3]	2
	[0.3-0.6]	3
Tenue thermique (C°)	[190-210]	1
	[560-600]	3

Tableau 5 Grille de notes

$$Total = \sum Note\ X\ coefficient\ de\ pondération \quad (1)$$

Critères de choix	Matériaux							
	Chanvre	**Jute**	**Sisal**	**Lin**	**Ramie**	**Basalte**	**Coton**	**Coco**
Résistance à la traction	2	2	2	2	1	3	1	1
Module d'élasticité (GPa)	3	1	2	3	2	3	1	1
Allongement à la rupture (%)	1	1	2	1	1	2	3	3
Coût énergétique	2	2	2	3	2	1	2	2
Résistance à l'humidité	2	2	2	2	1	3	1	1
Densité volumique	2	2	3	2	2	1	2	3
Résistance chimique	2	1	1	1	1	3	1	1
Isolation thermique	1	1	2	1	1	3	1	1
Tenue thermique	1	1	1	1	1	3	1	1
Isolation sonore	1	1	1	1	1	2	1	1
Coût	2	3	3	3	2	1	3	2
Total	**66**	**60**	**74**	**72**	**52**	**79**	**60**	**60**

Tableau 6 Classement des fibres naturelles

Le basalte se trouve en première position avec un total de 79 suivis par le sisal 74 et le lin 72 .

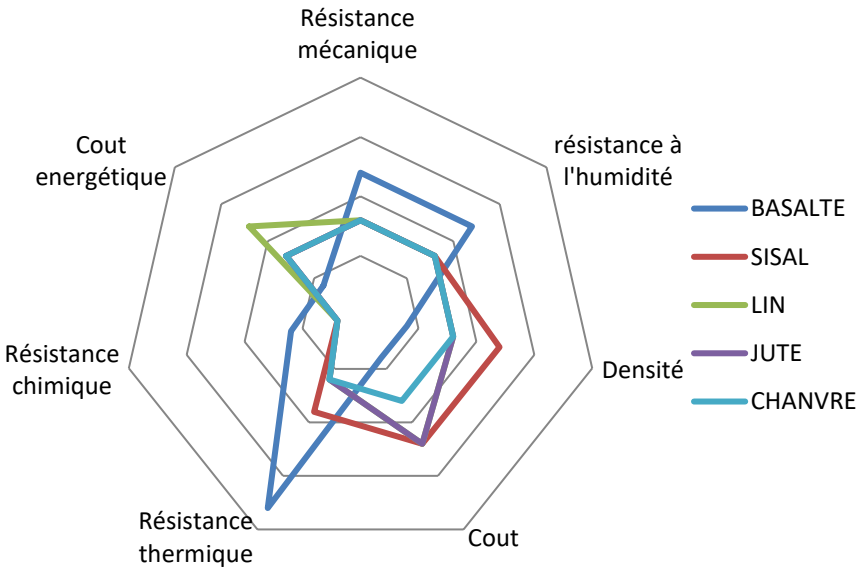


Figure 5 Diagramme comparatif des fibres naturelles

Nous remarquons dans le diagramme comparatif des fibres (Figure 5) que le basalte présente des bonnes caractéristiques au niveau de la résistance mécanique ainsi que la résistance thermique avec une très bonne résistance à l'humidité. Néanmoins il reste le moins léger avec une densité de 2.7 g/cm^3 et le plus cher avec trois fois le prix du chanvre.

Il faut trouver un compromis entre la résistance mécanique et la légèreté de la structure, ce qui nous pousse vers le développement et l'étude d'un nouveau matériau, un matériau hybride.

Les résultats de l'étude comparative des différentes fibres naturelles, nous a conduit à la combinaison de la fibre de lin avec la fibre de basalte au regard de leur compatibilité et de leurs caractéristiques mécaniques complémentaires. En effet, la fibre de lin présente une bonne capacité d'amortissement et une faible densité (1.4 g/cm^3) [98] alors que la fibre de basalte procure une rigidité élevée (module d'Young de 86 GPa) [5], de la résistance à l'humidité (taux d'absorption d'eau de 0.03%) et une excellente tenue à la température (température maximale d'application : 850°C). Nous allons chercher à étudier l'efficacité de l'utilisation du matériau bio composite hybride.

2 Matrices

Le choix de la matrice est basé sur le type d'application finale (contraintes thermiques, mécaniques et environnementales), la compatibilité avec les fibres (bonne adhésion fibre/matrice) et la méthode de fabrication. La matrice permet de transmettre les efforts mécaniques au renfort tout en assurant leurs protections des diverses conditions environnementales. Nous distinguons trois catégories de matrices (Figure 6), les matrices métalliques utilisées pour les pièces de structures, les matrices céramiques employées pour les applications à très haute température (>900°C) et enfin les matrices organiques qui sont les plus utilisées vu leurs faibles densités, leurs bonnes caractéristiques mécaniques et leurs faibles coûts de production (constituants disponibles et faibles températures de mise en œuvre) [35].

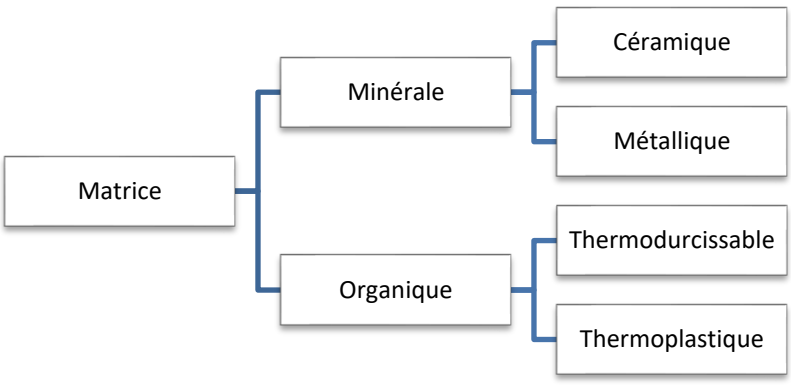


Figure 6 Types de matrices

Les matrices organiques sont des résines polymères, nous pouvons les classer sous deux principaux types de matrices, les thermodurcissables et les thermoplastiques. Ces deux types de matrices présentent plusieurs différences aux niveaux des caractéristiques mécaniques et thermiques, leurs microstructures, leurs modes de polymérisation et leur aspect recyclable. En effet les thermodurcissables ont une structure réticulée alors que les thermoplastiques ont une structure linéaire qui permet d'avoir un aspect recyclable à travers un processus réversible et répétable [35].

2.1 Les Thermodurcissables

La réticulation de polymères ramifiés ainsi que la polymérisation de monomères de valence moyenne permettent la création des polymères thermodurcissables. Lors de la polymérisation des liaisons covalentes, des liaisons se créent entre les différentes chaînes formant des réseaux tridimensionnels réticulés. La polymérisation peut se faire à température ambiante ou par chauffage et elle nécessite l'addition d'un agent réticulant [19],[35].

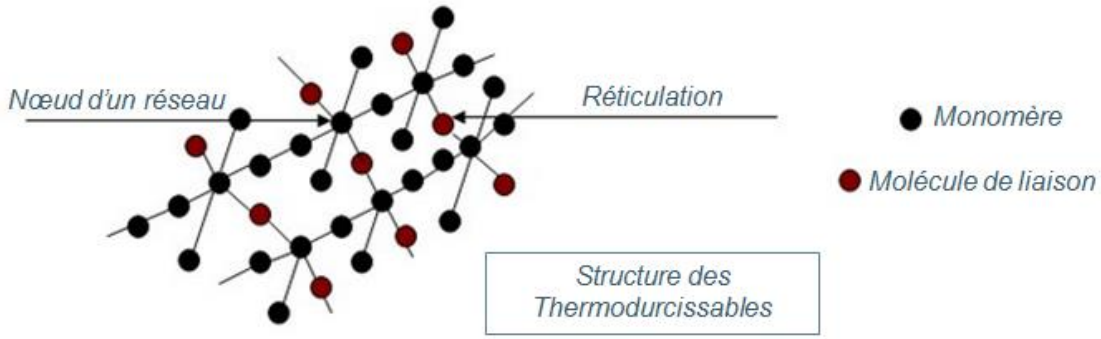


Figure 7 Structure des thermodurcissables

Le polymère thermodurcissable a une structure amorphe, infusible et insoluble après polymérisation (Figure 7). Une fois durci, sa forme n'est plus modifiable et nous ne pouvons pas le faire fondre par chauffage d'où son aspect non recyclable. Toutefois, il est réutilisable dans d'autres matériaux comme renfort après broyage. Ces matériaux présentent des bonnes propriétés mécaniques, électriques et chimiques. Ils sont employés dans des différents domaines industriels tels celui des secteurs automobile et aéronautique.

Les résines les plus répandues pour les matériaux composites sont les résines phénoliques, les résines époxydes et les résines polyester. Nous distinguons un autre type de résine thermodurcissable appelé résine thermostable. C'est une matrice qui a des performances thermiques importantes et qui préserve ses propriétés mécaniques pour des températures supérieures à 200°C [35].

2.2 Les Thermoplastiques

Contrairement aux matrices thermodurcissables, les thermoplastiques ont des faibles liaisons entre les macromolécules (Figure 8) ce qui leur permet de retrouver leurs formes initiales sans transformation chimique et seulement sous l'action de la chaleur, cette spécificité leur procure l'aspect recyclable. Il faut noter que ce processus est réversible et répétable sans aucun impact sur leurs structures ni sur leurs propriétés mécaniques [19],[35].

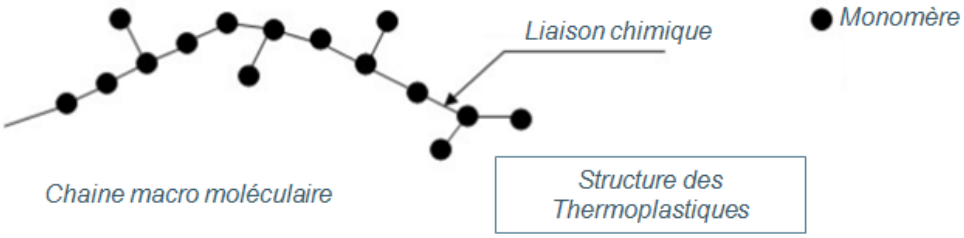


Figure 8 Structure des thermoplastiques

Nous distinguons deux types d'arrangement pour les polymères thermoplastiques :

- Structure amorphe : Dans cette configuration les structures moléculaires du polymère ne sont pas organisées (Figure 9). Elles sont caractérisées par la température de transition vitreuse (Tg).
- Structure semi-cristalline : Ces polymères présentent deux phases différentes : une phase amorphe et une phase cristalline dans laquelle les structures moléculaires sont organisées sous forme de chaînes alignées (Figure 9). Pour ce type d'arrangement nous parlons de taux de cristallinité. En effet, ces polymères ne sont pas complètement cristallins, ce taux varie en fonction du thermoplastique entre 20% et 80%. Ces polymères sont caractérisés par leur Tg pour la phase amorphe et de leur température de fusion T_f pour la phase cristalline à partir de laquelle nous avons la fusion intégrale du Thermoplastique [19],[35].

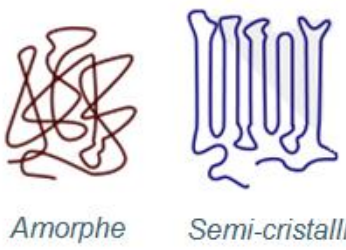


Figure 9 Structure des thermoplastiques

Nous présentons dans le Tableau 7 les caractéristiques mécaniques de quelques exemples de matrices thermodurcissables et thermoplastiques :

	Résine	Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la traction (MPa)	Densité (g/cm^3)	Tg (°C)	Tf (°C)
Thermoplastique	PP	1.2	30	0.92	5	165
	PES	2.6	85	1.30	70	255-265
	PVC	2.9		1.39	75-105	160-220
Thermodurcissables	Polyester	4	80	1.2		
	Epoxyde	4.5	130	1.2		
	Phénolique	3	70	1.3		

Tableau 7 Tableau représentatif des résines thermoplastique et thermodurcissables [19]

Nous remarquons que les matrices thermodurcissables présentent une meilleure résistance mécanique comparée à celle des matrices thermoplastiques.

Critères	Thermoplastique TP	Thermodurcissable TD
Etat de base	Solide prêt à l'emploi	Liquide visqueux à polymériser
Stockage	Illimité	Réduit
Mouillabilité renforts	Difficile	Aisée
Moulage	Chauffage+ refroidissement	Chauffage continu
Tenue au choc	Bonne	Limitée
Tenue thermique	Réduite	Bonne
Tenue chimique	Réduite	Bonne

Tableau 8 Tableau comparatif des résines thermoplastique et thermodurcissables

Le Tableau 8 met en évidence les différences entre les matrices thermodurcissables et les matrices thermoplastiques selon leurs propriétés mécaniques et thermiques ainsi que la simplicité de leurs fabrications.

Dans la suite de notre étude, nous avons choisis la matrice thermoplastique PA11 du fait de sa recyclabilité, de ses bonnes caractéristiques mécaniques, thermiques et de sa compatibilité aux procédés de fabrication la thermocompression. La recyclabilité de la matrice PA11 est liée à sa nature thermoplastique ; elle est caractérisée par le taux de recyclage qui représente le pourcentage de produit en masse qui pourrait être théoriquement recyclable [18]. La technologie broyage et ré incorporation permet de fabriquer de nouvelles pièces composites à partir de compoundage thermoplastique (sous forme de poudre ou fibres courtes) à la suite d'un broyage et tamisage d'anciennes pièces composites thermoplastique

Il faut noter que les bio-polymères regroupent deux grandes familles : les polymères biodégradables et les polymères bio-sourcés. Les polymères biodégradables sont formés de molécules qui se dégradent en molécules moins polluantes par des agents biologiques vivants (bactéries, algues etc.) habituellement présents dans la nature. Les polymères bio-sourcés sont des polymères fabriqués entièrement ou partiellement de ressources renouvelables. Ces matériaux peuvent être bio-sourcés sans être biodégradables tel que le PA11.

Les bio polymères peuvent être classés selon leurs propriétés et performances mécaniques. Le Tableau 9 [8] illustre des thermoplastiques compatibles avec la fibre de Lin.

Résine	Densité (g/cm^3)	Module d'élasticité (MPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture %
PCL polycaprolactone	1.11-1.15	210-440	20-42	300-1000
PLA acide poly lactique	1.21-1.25	350-3500	21-61	2.5-6
PGA acide poly glycolique	1.50-1.70	6000-7000	60-99	1.5-20
PHB polyhydroxybutyrate	1.18-1.26	3500-4000	40	5-8
PA11 polyamide 11 extrudé	1.03-1.05		27	>250
PA11 thermocompression 20°C	1.05	1150	48	23

Tableau 9 tableau comparatif des propriétés des bio-polymères [19],[37]

Le choix de la matrice utilisée pour nos travaux de recherche est basé sur les critères suivants :

- Origine et nature
- Propriétés mécaniques et thermiques
- Compatibilité avec les renforts employés (la fibre de lin et la fibre de basalte)
- Compatibilité avec le procédé de fabrication (thermocompression)
- Sensibilité à l'hygrométrie

Nous avons sélectionné pour la matrice de notre matériau bio composite le PA11 qui est une résine thermoplastique entièrement recyclable et qui présente des bonnes caractéristiques mécaniques et thermiques. Cette matrice montre aussi une bonne adhésion à la fibre de lin [37]. Pour la fibre basalte le fournisseur Isomatex a développé un ensimage spécifique à la matrice PA11, l'ensimage IS65 à base PVA (Polyacétate de vinyle). Il est constitué d'un agent filmogène et un agent de pontage et il permet d'améliorer l'interface fibre/matrice et garantir une bonne adhésion.

3 Matériaux bio-composites

A travers notre étude comparative des différentes fibres naturelles et matrices biodégradables, nous avons défini la combinaison finale de notre matériau, un matériau bio-composite hybride formé par la fibre de lin, la fibre de basalte et la matrice PA11. Il faut noter qu'on rajoute un ensimage à la fibre de basalte afin de garantir une bonne adhésion fibre/matrice. Nous allons présenter dans ce paragraphe quelques caractéristiques mécaniques et thermiques des matériaux utilisés.

3.1 Le Lin

Le lin est une plante à fibres qui a été utilisée depuis plusieurs années à la confection des tissus et des cordages. De nos jours, elle commence à être utilisée dans d'autres domaines industriels comme la fabrication des matériaux composites. La grande partie de la production mondiale est européenne (80%) avec une grande contribution française (soit 50% de la production européenne) [2],[38]. L'extraction des fibres de lin passe par plusieurs étapes :

- Arrachage des tiges de lin
- Rouissage sous l'action de l'humidité et du soleil (dégrader les liaisons inter-fibres)
- Teillage par actions mécaniques (séparer les constituants de la tige ; fibres, étoupes, anas, graines)
- Peignage (permet d'avoir de fibres alignées sous forme de ruban continu)

L'application contrôlée des différentes étapes d'extraction des fibres de lin permet de garantir une bonne qualité du produit final avec des propriétés mécaniques homogènes (faible variation).

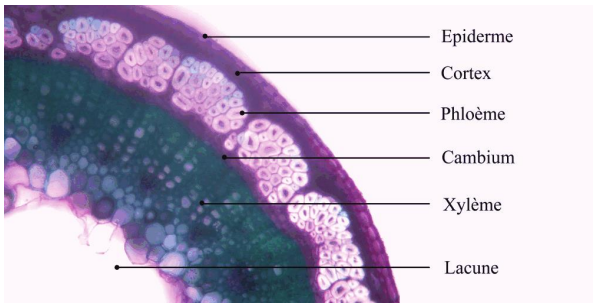


Figure 10 La structure de la fibre de Lin [20]

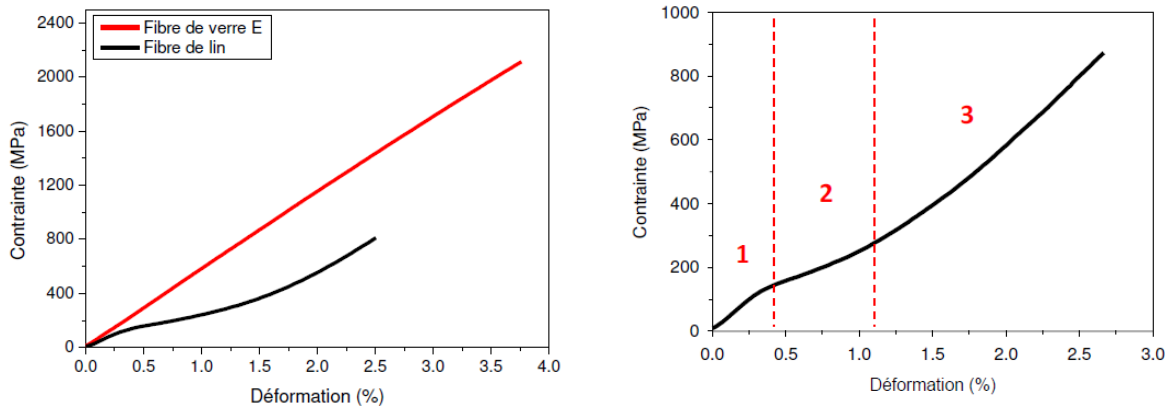
La tige de lin est constituée dans sa section de plusieurs couches concentriques de l'extérieur vers l'intérieur (Figure 10) : l'épiderme, le cortex, le phloème, le cambium et le xylène qui servent à la circulation des différents fluides comme l'eau et la sèvre. La fibre de lin est localisée dans le phloème [20],[22],[23]. Elle composée à son tour par plusieurs substances chimiques détaillées comme suit :

- La cellulose : c'est un polymère semi cristallin qui est caractérisé par un module d'élasticité particulièrement élevé. C'est l'élément le plus prépondérant dans la fibre avec une teneur qui varie en 64% et 74%
- Hémicellulose : c'est un polymère non linéaires responsables de l'absorption d'eau. Son module d'élasticité varie beaucoup en fonction de l'humidité relative.

- Pectines : elles assurent la cohésion du faisceau et sont présentes dans les jonctions entre cellules et dans la paroi primaire. Elles contrôlent la porosité des parois
- La lignine : elle est présente en faible proportion dans le lin
- L'eau : elle représente 10 % de la fibre de Lin

3.1.1 Comportement en traction des fibres unitaires

La fibre de lin présente un comportement mécanique en traction différent des autres fibres synthétiques (fibre de verre, fibre de carbone) qui se caractérise par un comportement linéaire (Figure 11), cette spécificité est due essentiellement à la composition et l'organisation complexe de la fibre [50].



(a) (b)

Figure 11 a- Courbe contrainte-déformation en traction d'une fibre de lin et d'une fibre de verre (HR 50) / b- Courbe typique divisée en trois domaines [11],[14],[37]

La courbe contrainte-déformation de la fibre de lin peut se subdiviser sur trois domaines : deux quasi-linéaires et un non linéaire (Figure 11) [11],[14],[37],[94]. La première partie linéaire coïncide au chargement global de la fibre traduit par une élongation dans le sens de sollicitation. La deuxième partie est non linéaire ; elle reflète une déformation complexe de la fibre accompagnée d'un glissement des micros-fibrilles et à la rupture des liaisons hydrogène dans la zone matrice. La reconstruction des de ces liaisons permet de reprendre un comportement linéaire dans la partie trois avec une réduction de l'angle des micros-fibrilles. Ce modèle a été inspiré du modèle appliqué pour le bois [19],[37].

3.1.2 Influence de l'humidité et de la température

Les fibres végétales sont sensibles à l'humidité et à la température. En effet, ces paramètres peuvent modifier leurs comportements et dégrader leurs performances mécaniques.

Le taux d'humidité des fibres de lin varie entre 6 et 10 % pour des conditions de stockage à 23°C [37]. L'eau joue un rôle de plastifiant de la fibre de lin [19],[37]. Elle

permet d'augmenter la déformation à la rupture et faire varier son module d'Young [19],[21],[35],[36],[37],[40].

Le séchage des fibres permet de réduire les défauts de fabrication et de favoriser la rigidité du matériau. La libération de l'eau des fibres est observée à 60°C et sa vaporisation est complète à 120°C [37].

Une exposition excessive de la fibre de lin à des hautes températures peut conduire à la dégradation de ses composants. En effet, la dégradation des pectines est observée à partir de 180°C, elle est suivie d'une dégradation des hémicelluloses et cellulose à partir de 230°C [19]. Les travaux de recherche du Destaing F. [37] montrent que le module d'Young de la fibre de lin n'est pas affecté jusqu'à 200°C tandis que la contrainte et la déformation à rupture diminuent dès 150°C, pour un temps de cycle de 5 min. Cette étude sera utilisée ensuite pour la détermination des paramètres de fabrication des matériaux composites lin/PA11 et hybride/PA11 pour s'assurer de la préservation des caractéristiques mécaniques des fibres.

3.2 Le basalte

Le basalte constitue plus de 90 % de toutes les roches volcaniques.Les constituants microstructuraux du basalte dépendent fortement de la vitesse de refroidissement de la lave en fusion. Lorsque la vitesse de solidification est lente, la microstructure du basalte présente un arrangement atomique potentiellement cristallin, tandis qu'une vitesse de solidification plus rapide conduit à une structure amorphe. D'un point de vue minéralogique, le basalte est principalement constitué de trois minéraux silicatés : les plagioclases, les pyroxènes et les olivines [31]. Le dioxyde de silicium (SiO_2) est le principal composant chimique du basalte. D'autres oxydes métalliques comme Al_2O_3, Fe_2O_3, CaO, MgO, Na_2O, K_2O, TiO_2 font partie également de la composition chimique des fibres de basalte. Le pourcentage de différents oxydes métalliques dans les fibres de basalte dépend fortement de la situation géographique des roches basaltiques. Les roches basaltiques que l'on trouve en abondance dans le monde entier sont généralement classées en fonction de leur teneur en SiO_2 et en TiO_2 et peuvent être classées comme suit : alcalines (avec une teneur en SiO_2 de~42 %), légèrement acides (avec une teneur en SiO_2 comprise entre 43 et 46 %) et basaltes acides (avec une teneur en SiO_2 supérieure à 46 %) [52]. Seuls les basaltes acides sont considérés comme adaptés à la production de fibres de basalte en raison de leur teneur plus élevée en SiO_2, qui contribue à conférer aux fibres de basalte des bonnes propriétés mécaniques et chimiques aux fibres de basalte [85]. La présence de CaO, MgO et TiO_2 assure une bonne résistance à l'humidité et à la corrosion. Tandis que Fe_2O_3 confère une bonne stabilité thermique aux fibres de basalte [85]. Les grands épanchements basaltiques sont localisés en Sibérie (Russie), en Deccan (Inde) et dans la chaussée de Géants en Irlande [91]. Le basalte est utilisé dans plusieurs domaines d'application pour ses nombreux avantages. En effet, il est caractérisé par une bonne résistance mécanique (module d'Young 89 GPa) [5], une bonne tenue au feu avec une température de début d'endommagement à 850°C [64], une bonne

isolation sonore et une bonne résistance chimique [49], [52-55]. Il est utilisé essentiellement dans le bâtiment pour des applications d'isolation sonore et thermique. Par ailleurs, les fibres de basalte sont de plus en plus utilisées pour fabriquer des pièces aéronautiques et automobiles.

3.2.1 Fabrication et constituants

La composition chimique de la fibre de basalte permet d'avoir ses différentes caractéristiques mécaniques, thermiques et chimiques. Sa composition chimique ressemble à celle de la fibre de verre [56],[47],[80]. Elle est composée essentiellement par du plagioclase, du pyroxène, d'olivine et de la magnétite [65-68]. Le Tableau 10 illustre ses différentes substances chimiques.

Composants chimiques	Proportions (%)
SiO_2	51.6-59.3
Al_2O_3	14.6-18.3
CaO	5.9-9.4
MgO	3.0-5.3
Na_2O+K_2O	3.6-5.2
TiO_2	0.8-2.25
Fe_2O_3+FeO	9.0-14.0

Tableau 10 Composition chimique du basalte [56],[57],[59]

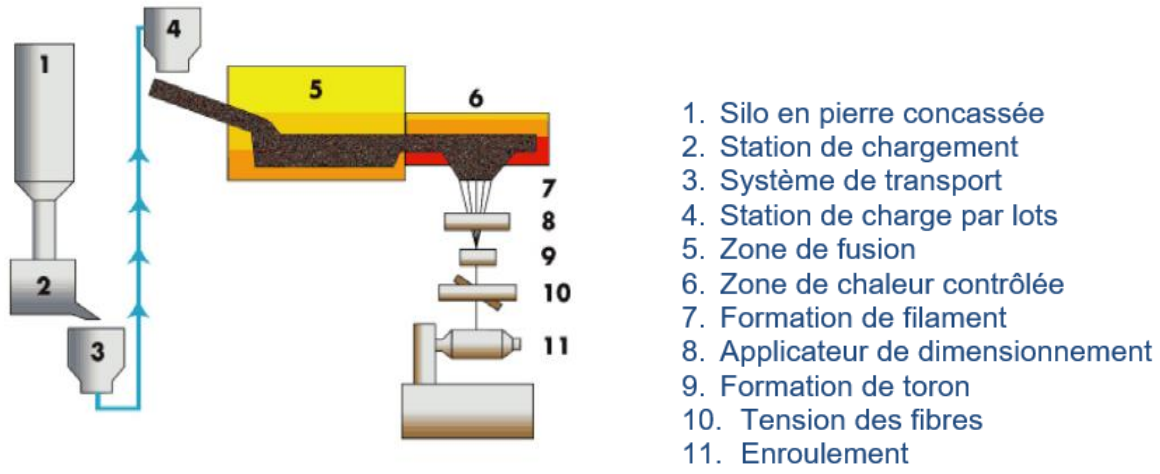


Figure 12 Procédé de fabrication des fibres de basalte [56],[57],[59]

La fabrication des fibres de basalte passe par trois grandes étapes : le concassage des pierres de basalte, la fusion et l'extrusion des fibres [60-63]. Ce procédé de fabrication permet d'obtenir des fibres continues ayant des bonnes caractéristiques mécaniques [73],[74]. Le recyclage des fibres de basalte se fait de la même façon. En effet, après la récupération des fibres de basalte et sous l'effet de la température, elle se transforme en poudre qui sera ensuite intégrer dans le circuit de fabrication (fusion et extrusion) [83],[85]. La Figure 12 présente le procédé détaillé de la fabrication des fibres de basalte.

Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé des fibres de basalte fabriqué par notre partenaire industrielles ISOMATEX. Nous allons pour notre étude deux types de tissus, un sergé 2x2 et un unidirectionnel de grammage 360 g/m^2.

3.2.2 Caractéristiques mécaniques

Les fibres de basalte se distinguent par des performances mécaniques intéressantes [86-90]. Dans la littérature des comparaisons entre la fibre de basalte et la fibre de verre [53-55] montrent que le basalte se distingue par des meilleures caractéristiques mécaniques et thermiques (Tableau 11).

Fibre	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)
Carbone	1720-4500	120-580
Aramide	2600-3580	124-150
Verre	480-1600	35-51
Basalte	4000	90

Tableau 11 Tableau comparatif des différentes fibres [73],[74]

La fibre de basalte se caractérise par un comportement mécanique linéaire tout comme la fibre de verre et la fibre de carbone (Figure 13).

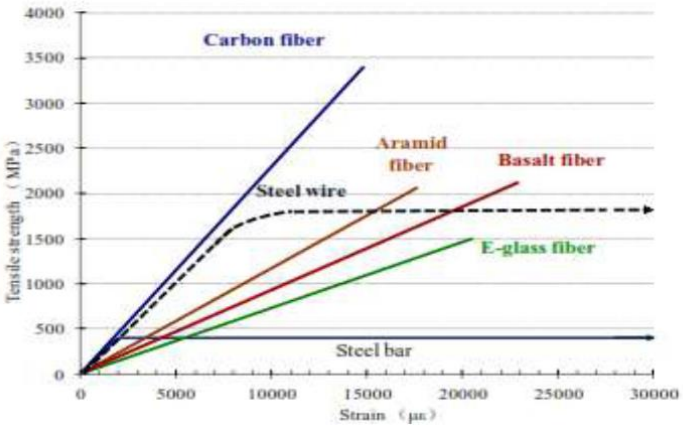


Figure 13 Courbe comparative contrainte-déformation de différents types de fibres [56]

3.3 Le PA 11

Le Polyamide 11 est un polymère thermoplastique produit par ARKEMA sous le nom de Rilsan depuis quelques décennies. C'est un polymère biosourcé et synthétisé à partir d'huile de Ricin [37].

3.3.1 Synthèse et cristallinité

Le PA11 est extrait de l'acide ricinoléique qui présente 85 % des acides présent dans l'huile [19],[37]. Sa distillation permet d'obtenir l'acide undécynélique selon la Figure 14:

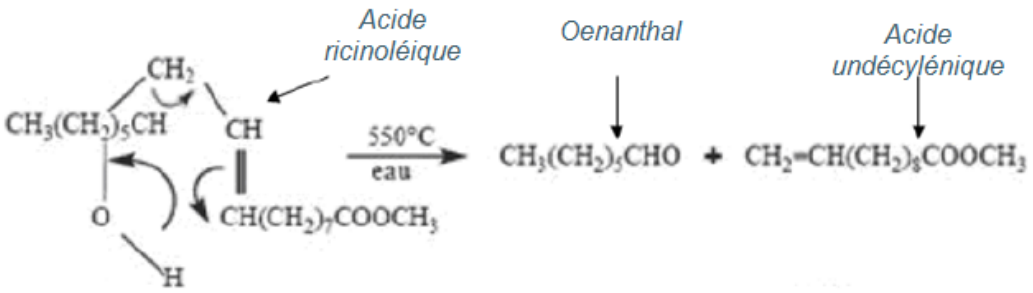


Figure 14 Equation de la réaction de distillation de l'acide ricinoléique

L'hydrolyse, la bromination et l'ammonolyse de l'acide undécylénique permet d'avoir l'acide amino-w-undecanoique, qui permet à son tour de synthétiser le PA11 après une polycondensation. La formule du monomère du Polyamide 11 est présentée en Figure 15.

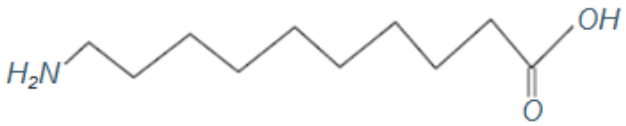


Figure 15 Equation de la réaction de distillation de l'acide ricinoléique

Comme tous les polyamides, le Polyamide 11 a une structure semi-cristalline. Nous distinguons une phase amorphe et une phase cristalline qui présente 25 % de sa masse totale. La complexité des liaisons ainsi que des distributions des cristaux explique l'aspect anisotrope du PA11 [11], [14],[19],[37].

3.3.2 Caractéristiques du PA11

Le PA11 Rilsan se caractérise par sa faible température de fusion (entre 180°C et 200°C), sa faible densité (1.03 g/cm^3) et sa faible reprise d'humidité (1.1% pour une humidité relative HR50) [19],[37],[51].

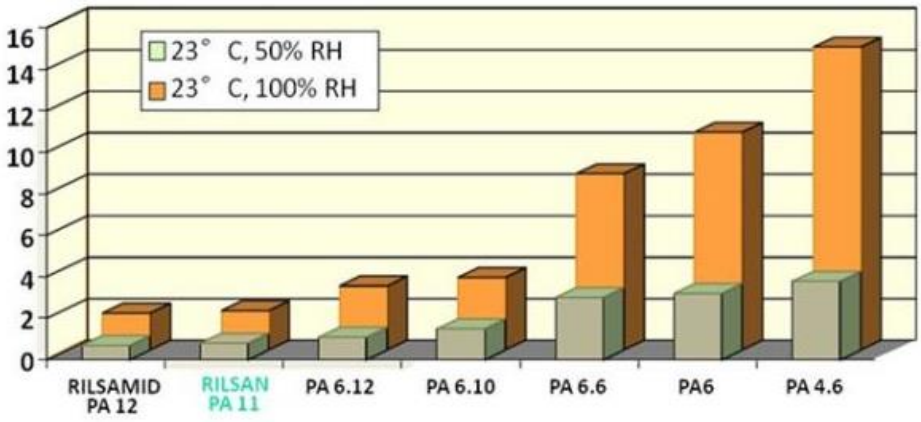


Figure 16 Histogramme comparatif de la résistance à l'humidité des PA

La température de la transition vitreuse du PA11 est de 54°C à 23°C et à HR50 selon le fournisseur de la matrice ARKEMA. La Tg varie en fonction de l'hygrométrie comme suit (données ARKEMA) :

- PA11 HR0 = 64°C
- PA11 HR50 = 54°C
- PA11 HR100 = 31°C

Cette variation a un impact direct sur le comportement mécanique du composite final. Le Tableau 12 illustre une comparaison des caractéristiques de trois Polyamides qui sont le PA11, PA12 et le PA66 : nous remarquons que le PA66 est doté d'un bon module d'élasticité comparé à celui du PA11 néanmoins il est plus sensible à l'humidité et il a une température de fusion importante (365°C). La mise en œuvre de ce matériau nécessitera l'exposition à des températures très élevée qui détruirons les fibres de Lin.

Polyamides	Densité (g/cm^3)	Tf (°C)	Tg (°C)	Taux H_20%	Module d'élasticité (MPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture %
PA11	1.03	187	46	1.1	1.3	37-65	310
PA12	1.01	178	37	0.8	1.1	45-60	250
PA66	1.14	365	57	2.8	3.3	100	30

Tableau 12 Tableau comparatif des caractéristiques des polyamides (23°C, HR50 [19],[37]

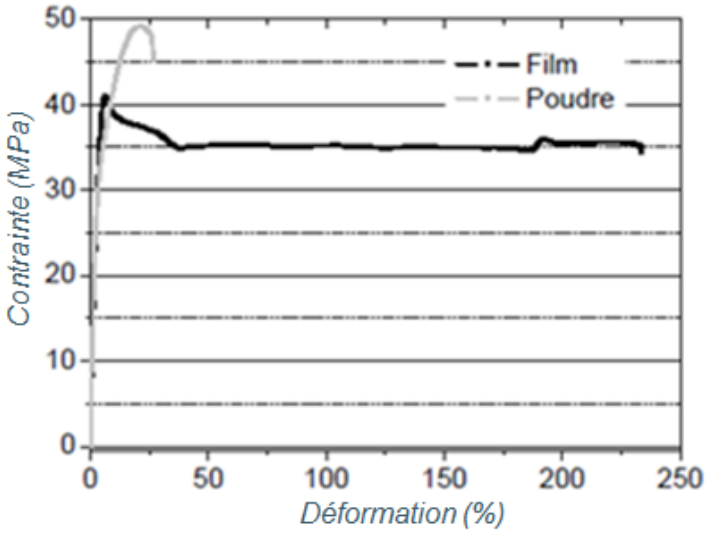


Figure 17 Courbe de traction du PA11 sous forme de poudre et film élaboré par thermocompression (HR60) [37]

Le PA 11 est commercialisé sous deux formes différentes, PA 11 en poudre et le PA11 sous forme de film. En se référant à l'étude réalisée par Destaing F [37], le PA11 sous forme de poudre présente une structure cristalline plus organisée, un module d'élasticité comparable à celui du film et une faible viscosité qui permet d'avoir une meilleure imprégnation du renfort (Figure 17). Nous allons utiliser dans nos travaux

de recherche le PA11 commercialisé sous le nom de TWhite 7050 sous forme de poudre (dimensions des granulés 100 et 130 µm).

3.4 Matériaux composites hybrides

Le concept de l'hybridation des matériaux composite ressemble au concept des alliages pour les métaux [33],[34],[69],[143]. En effet, cette hybridation permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques ainsi que thermiques du matériau pour répondre à un besoin donné. L'aspect économique représente aussi un facteur majeur de l'application de ce concept [70-72]. En effet, l'utilisation d'un mélange de fibres performantes et chères (fibre de carbone) avec des fibres moins couteuses (fibre de verre, fibre de lin) permet de baisser les prix de la matière première tout en répondant aux exigences mécaniques recherchées. Le comportement mécanique des matériaux composites dépend de plusieurs paramètres comme l'orientation, leur disposition, le nombre de couches et le choix des fibres utilisées. Il existe trois échelles d'hybridations : échelle des stratifiés, échelle de la couche (cotissage) et l'échelle de la fibre (comélage) [81],[82],[84]. La plupart des recherches scientifiques se sont intéressées à l'étude des stratifiés hybrides [5-7]. Nous allons nous focaliser dans un premier temps sur l'analyse des composites hybrides cotissés ensuite nous allons les comparer avec les composites hybrides stratifiés et comélés.

3.4.1 Amélioration des performances mécaniques

Les travaux de recherche de [4] ont montré l'effet positif de l'hybridation sur le comportement mécanique en flexion du composite carbone-basalte/époxy et l'impact de la disposition des couches. Les résultats des essais de caractérisation ont montré une amélioration des performances mécaniques en flexion de 73 % comparé au composite basalte/époxy (BFRP).

Les travaux de recherche de [2] ont présenté l'intérêt du mélange lin-verre par rapport à l'amélioration du comportement mécanique du composite ainsi que l'augmentation de sa résistance à l'humidité. Contrairement aux fibres de lin, les fibres de verre présentent une bonne résistance à l'humidité. Le mélange lin-verre permettra de réduire l'impact de l'humidité sur les performances mécaniques du composite. L'étude de la désorption du composite hybride lin-verre a montré une réduction considérable de la masse à saturation du composite (ajout de 6% de verre entraine une réduction de 23 % de la masse à saturation), une diminution du coefficient de diffusion (52% de diminution) et une baisse du gonflement de l'épaisseur (Figure 18).

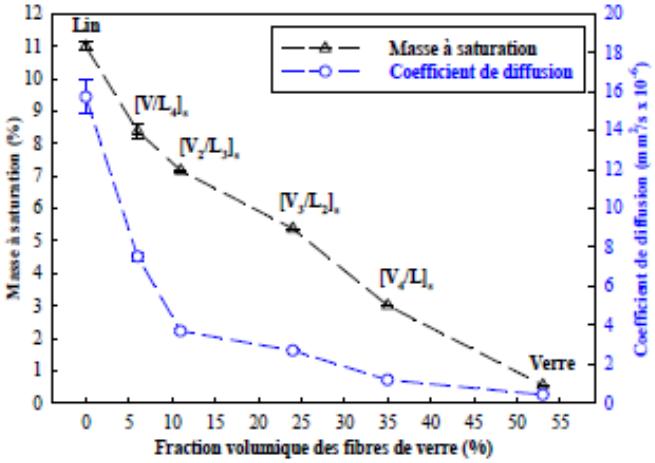
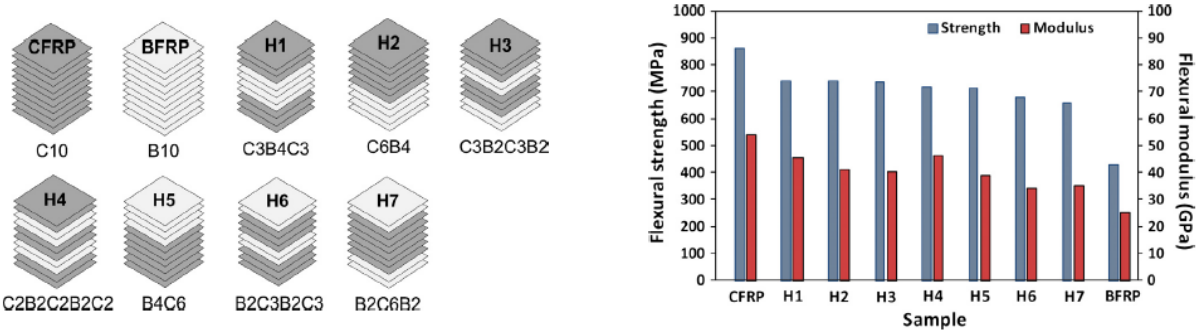


Figure 18 Evolution des paramètres de diffusion des composites non-hybrides et hybrides [2]

3.4.2 Effet de la répartition des couches

Les études de recherches [2] ont mis en évidence l'importance de la disposition des couches des deux types de fibres. En effet pour [2] la disposition H1 (3carbone/4basalte/3carbone) présente les meilleures caractéristiques mécaniques en flexion (résistance et module de flexion) (Figure 19).



a b

Figure 19 a différentes dispositions des plis carbone et basalte b Valeurs moyennes de la résistance à la flexion et du module de flexion des différentes dispositions des composites hybrides [2]

Les études de recherche [2] présentent l'évolution des performances mécaniques en fonction du nombre de couches des fibres de verre (Figure 20). Nous remarquons l'augmentation de la limite à la rupture des différents stratifiés par l'ajout de couches de fibre de verre.

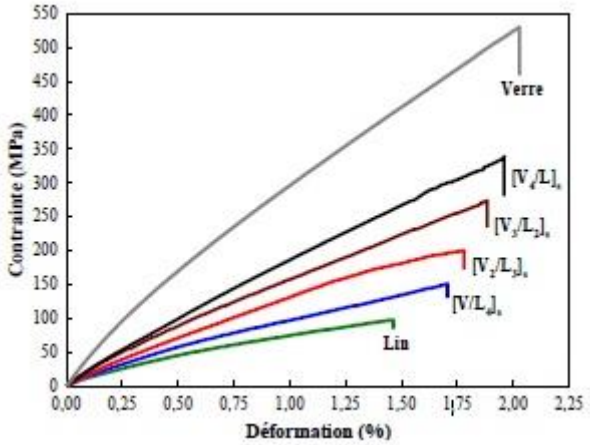


Figure 20 Courbe contrainte-déformation des matériaux composites non-hybrides et hybrides [2]

L'hybridation des matériaux composites accorde plus de flexibilité au niveau de la formulation du matériau [92], [95-97]. Elle permet d'optimiser ses performances mécaniques et thermiques pour répondre aux différentes sollicitations appliquées. Nous allons nous intéresser dans notre étude essentiellement aux composite hybride cotissés lin/basalte pour deux proportions différentes hybride5050 (50% de basalte, 50% de lin) et hybride3070 (30%, de basalte 70% de lin 30%). Une comparaison de leurs propriétés mécaniques expérimentales sera réalisée dans le but de comprendre l'impact de la réparation des fibres de lin et des fibres de basalte sur l'évolution de leurs comportements mécaniques. Ensuite une modélisation des deux composites hybride3070 et hybride5050 sera effectuée par une homogénéisation numérique à multi-échelle afin de faire une corrélation avec les résultats expérimentaux.

Les travaux de recherche de [53,54] ont confirmé l'impact positif de l'utilisation de fibres de basalte avec un composite lin/vinylester sur la résistance à la rupture interlaminaire. Les fibres de basalte améliorent la durabilité et limitent la sensibilité des fibres de lin. De même, [55] a confirmé et prouvé une meilleure durabilité pour un composite hybride avec deux couches externes de basalte. [5] montre que l'arrangement intraply du lin et du basalte a été particulièrement utile pour améliorer les propriétés de traction des stratifiés à base de lin de 116% et 69% pour la résistance ultime et le module.

L'objectif de nos travaux de recherche est le développement et l'étude d'un composite hybride cotissé lin/basalte à matrice thermoplastique PA11. Nous nous intéressons à l'analyse de l'hybridation en fonction de la répartition des fibres de lin et des fibres de basalte pour différents niveaux d'hygrométrie.

4 Méthodes d'homogénéisation

La deuxième partie des travaux est consacrée à l'étude de l'homogénéisation numérique. Cette théorie nous permet de prédire le comportement d'un matériau hétérogène à partir des caractéristiques mécaniques de chacune de ses phases [102], [104-106]. De ce fait, nous pourrons déterminer les propriétés effectives à l'échelle macroscopique du matériau à partir d'un Volume Elémentaire Représentatif (VER) [107],[108]. Par ailleurs, il existe deux types d'homogénéisation : (quasi)-analytique et numérique. L'homogénéisation (quasi)-analytique (approche des champs moyens) [102],[105] permet d'avoir des bonnes estimations des propriétés effectives. L'homogénéisation numérique relie la réponse contrainte-déformation de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique [121]. Elle repose sur l'équivalence de l'énergie de déformation entre le cas microstructural réel et le cas homogène moyen [107],[108]. Cette relation est basée sur la formulation de Hill-Mendel [107],[108] :

$$\frac{1}{2}\,\Sigma{:}\,\mathrm{E} \;=\; \frac{1}{2} < \sigma{:}\,\varepsilon > \qquad (2)$$

Avec :

- Σ Tenseur des contraintes homogénéisé et E tenseur des déformations homogénéisées
- σ Tenseur des contraintes et ε tenseur des déformations

Les premiers modèles d'homogénéisation sont les modèles de Voigt et de Reuss. Le premier modèle (Voigt) suppose que la déformation est uniforme et le deuxième modèle (Reuss) suppose que la contrainte est uniforme [110],[113]. Ces modèles sont insensibles à la forme et à l'orientation des renforts. Le modèle de Voigt présente une borne supérieure pour le comportement du matériau étudié quant au modèle de Reuss, il présente la borne inférieure [114],[115]. La méthode d'inclusion équivalente d'Eshelby donne une solution physique du champ de contrainte d'un matériau hétérogène avec des inclusions simples (ellipsoïde, cube…) [107]. D'autres méthodes rigoureuses ont été développées à partir de la méthode Eshelby afin de répondre à des dispositions microscopiques plus complexes et à des comportements non linéaires. Nous pouvons citer la méthode de Hashin-Shtrikman (deux bornes inf. et sup), la méthode de Mori-Tanka ou la méthode auto-cohérente [108],[122],[140]. Nous allons utiliser pour notre étude une méthode d'homogénéisation numérique multi-échelle à travers l'outil Multscale Designer [103]. Il permet de prédire les propriétés mécaniques des différents types de composite (UD, sergé…) à partir des propriétés intrinsèques de ses constituants fibre et matrice. Elles sont intégrées dans

le VER, cet outil présente différents types de VER selon le composite étudié avec ou sans l'interface fibre/matrice.

L'homogénéisation multi-échelle permet de remédier à cette problématique et propose un modèle homogène équivalent plus simple. La détermination des caractéristiques élastiques du composite hybride tissé nécessite l'utilisation d'une méthode d'homogénéisation numérique multi-échelle qui se décompose en deux phases. La première phase concerne l'homogénéisation des constituants (fibre et matrice) à l'échelle microscopique pour prédire le comportement du toron (souvent assimilé à un composite unidirectionnel) [102],[105] et la deuxième phase représente l'homogénéisation à l'échelle macroscopique (toron et matrice) qui permet d'avoir le comportement du composite étudié (Figure 21).

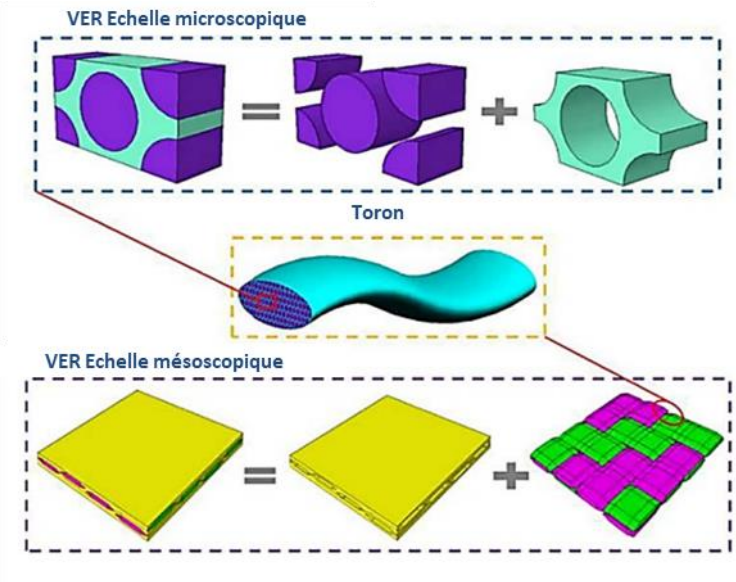


Figure 21 Méthode d'homogénéisation multi échelle [105]

Il existe plusieurs classes de conditions aux limités [123],[125],[128] : KUBC, SUBC et PBC. La KUBC (Kinematic Boundary Condition) est déterminée par l'application d'une déformation uniforme sur le VER, la SUBC (Static Uniform Boundary Conditions) utilise des conditions de contraintes uniformes imposées au VER et la PBC (Periodic Boundary Condition) est basée sur des conditions aux limites périodiques sur les faces du VER. Le type du VER impacte fortement les résultats de calcul. En effet, il a quatre principaux paramètres qui sont ; la taille du VER, la forme du VER (hexagone, parallélépipède…), la disposition des fibres (une ou plusieurs fibres, répartitions aléatoires ou ordonnées) et l'interface fibre/matrice que nous pouvons modéliser par des éléments cohésifs [129],[132]. Nous pourrions ajouter un cinquième paramètre qui est relié à la nature de nos matériaux : l'hygrométrie et sa répartition au sein du VER qui impacterait le comportement global du composite. Nous allons commencer à étudier un VER 3D pour des matériaux à comportement élastique linéaire via la technique d'homogénéisation périodique qui est utilisée dans l'outil Multiscale Designer. La matrice de rigidité homogénéisée est identifiée par

l’application de six cas de chargement (trois tractions et trois cisaillements) en utilisant le lemme de Hill-Mandel [135],[136],[145].

L’objectif de cette étude est la corrélation des résultats numériques avec les résultats expérimentaux et la compréhension de l’impact des différents paramètres (taux de fibres, répartition des fibres et échelles d’hybridation) du composite sur l’évolution de son comportement mécanique.

5 Conclusions

L’étude bibliographique est composée de trois grandes sections complémentaires. La première section a été consacrée à l’étude des matériaux composites et de ses constituants (fibres et matrices). Elle nous a permis d’identifier les matériaux à étudier pour nos travaux de recherche ainsi que les dernières nouveautés dans le domaine des applications industrielles. Elle nous a conduit à choisir un matériau bio-composite hybride à matrice thermoplastique en regard de ses différents avantages techniques, économiques et environnementaux. La deuxième section a été dédiée à l’étude des méthodes d’homogénéisation, ces méthodes permettent de prédire le comportement mécanique des matériaux hétérogènes. Nous allons utiliser la méthode d’homogénéisation multi échelle pour l’étude de nos matériaux composites sergé lin/PA11, unidirectionnel basalte/PA11 et sergé hybride/PA11. Le calcul sera effectué par l’outil d’homogénéisation numérique Multiscale Designer.

L’étude bibliographique nous conduit à valider le choix des fibres (végétale et minérale), la matrice (Thermoplastique) et leurs disposition (tissu sergé). Ces choix seront détaillés dans le chapitre 2.

Chapitre II
Elaboration des matériaux

Chapitre II : Elaboration des matériaux

6 Introduction

Ce chapitre porte sur l'étude de la fabrication par thermocompression des matériaux composites lin/PA11 (tissu cotissé sergé 2x2 équilibré), basalte/PA11 (unidirectionnel), hyb5050/PA11(tissu cotissé sergé 2x2 équilibré) et hyb3070/PA11 (tissu cotissé sergé 2x2 équilibré). L'objectif est de déterminer les paramètres du procédé en se basant sur les propriétés intrinsèques de la matrice thermoplastique polyamide PA11 (température de fusion) et en prenant en considération la sensibilité de la fibre de lin à de hautes températures. Du fait de l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique de la fibre de lin et de la matrice PA11, nous nous intéressons dans la deuxième partie de ce chapitre au conditionnement des éprouvettes de PA11 et des différents matériaux composites étudiés. Nous déterminons les protocoles de conditionnement pour trois niveaux d'hygrométrie : HR0, HR50 et HR85. L'analyse de la reprise d'humidité des matériaux composites étudiés est réalisée à travers l'étude des protocoles de conditionnement. Elle permettra de comprendre l'intérêt de l'hybridation pour l'amélioration de la résistance à l'humidité du matériau composite hybride.

7 Procédés de fabrication

Il existe plusieurs procédés de fabrication des matériaux composites dont le choix dépend de plusieurs paramètres [100]. Certains critères de sélection sont intrinsèques à la matrice thermoplastique (température de fusion, viscosité, température de transition vitreuse etc.) et au renfort (longueur des fibres, résistance thermique etc.). Il y a aussi des contraintes géométriques liées à la complexité des pièces fabriquées, des exigences en matière de cadence de production, etc. La suite présente quelques procédés de fabrication, candidats à la moyenne et grande série utilisés pour l'industrie automobile, avec comme objectif l'optimisation de la mise en forme des composites hybrides Lin/basalte/PA11.

7.1 RTM (Resin Transfer Moulding)

Le procédé RTM est une technologie de transformation par injection sous basse pression de résine réactive liquide permettant d'avoir une production de petites et moyennes séries, présentant un rapport efficacité/coût intéressant.

Ce procédé consiste à injecter sous pression et en moule fermé de la résine dans une préforme constituée de renforts secs. Le vide est souvent effectué dans l'outillage afin de faciliter la migration de la résine et de limiter la formation de porosités. Ce procédé

permet d'obtenir des pièces comportant deux faces lisses avec un contrôle des dimensions géométriques (Figure 22).

Le RTM permet de fabriquer des pièces complexes pour différents types de renforts tout en optimisant la quantité de matière utilisée et de réduire le coût de production [6]. Cependant, des formulations thermoplastiques adaptées à cette technologie sont encore très limitées.

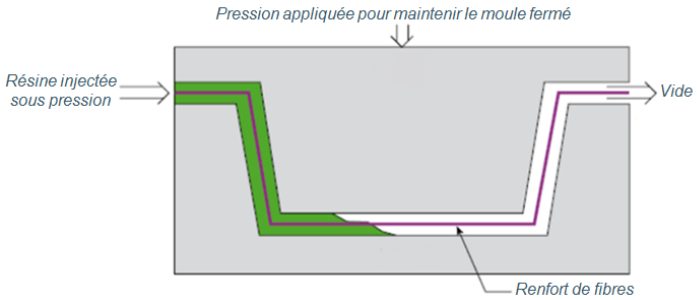


Figure 22 Principe du procédé RTM [18]

7.2 Compression SMC (Sheet Molding Compound)

La compression SMC est une méthode de fabrication adaptée aux productions de masse du fait d'un temps de cycle court (inférieur à 2 minutes). Elle permet d'avoir des pièces de taille et de complexité variables. Le matériau SMC est préimprégné et mis sous une forme de feuille (prepreg ou compound) qui seront ensuite empilées et placées dans un moule. Les compounds SMC sont élaborés à partir de rovings coupés (généralement 25 mm de longueur), avec une répartition aléatoire dans le plan de feuille, imprégnés d'une résine thermodurcissable et de charges. La fermeture du moule monté sous presse permet au matériau de s'écouler pour remplir les cavités. La pièce rigidifie par polymérisation de la résine (Figure 23).

Les caractéristiques mécaniques des produits formés restent limitées en raison de la répartition aléatoire des fibres au sein du matériau et de la fraction volumique de fibres généralement peu élevée [6]. De nouveaux SMC haute performance en fibres de carbone ont fait leur récemment et permettent de concurrencer des renforts continus en fibre de verre. Cependant ces nouveaux SMC sont élaborés avec des résines thermodurcissables.

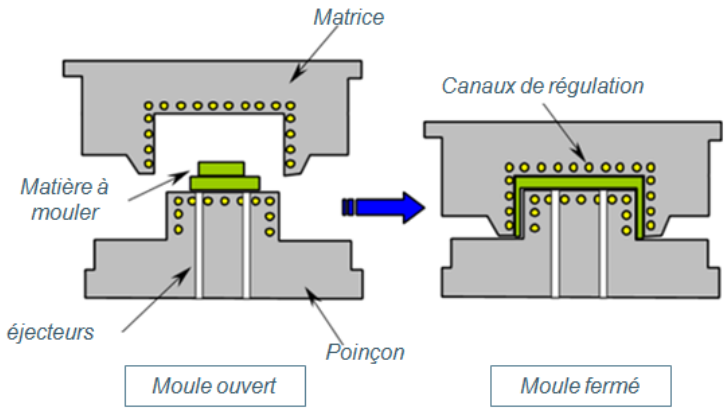


Figure 23 Principe de la compression SMC [18]

8 La thermocompression

Nous avons choisi la thermocompression en se basant sur trois facteurs primordiaux : la nature thermoplastique de la matrice en PA11, la sensibilité de la fibre de lin à la température [30] et le temps de cycle compatible avec une production en moyenne série. Les matériaux transformés par thermocompression sont sous la forme de préimprégnés ou semi-imprégnés, qui sont empilés puis consolidés sous pression en température [99],[100]. La combinaison de la température et de la pression de compactage permet de lier les couches de préimprégnés (Figure 24). Lorsque des semi-imprégnés sont employés, le réseau fibreux n'est imprégné que partiellement. Le polymère doit donc s'écouler sous faible distance pour imprégner totalement le réseau fibreux. Les temps de maintien de la pression sont relativement cours (entre 3 et 5 min) [9].

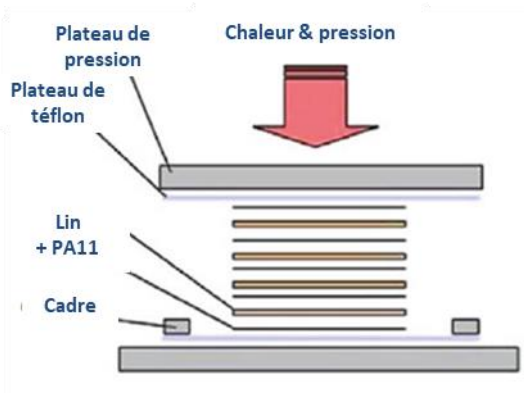


Figure 24 Thermocompression d'un composite Lin/PA11 [9]

L'application de cette méthode de fabrication avec des matrices thermoplastiques reste risquée pour des fibres végétales à cause d'une potentielle dégradation thermique. Pour cela une étude expérimentale des paramètres de température, pression et temps de maintien a été réalisée.

La fabrication des plaques composites a été réalisée selon la méthodologie schématisée en (Figure 24) qui utilise une presse à plateaux chauffants.

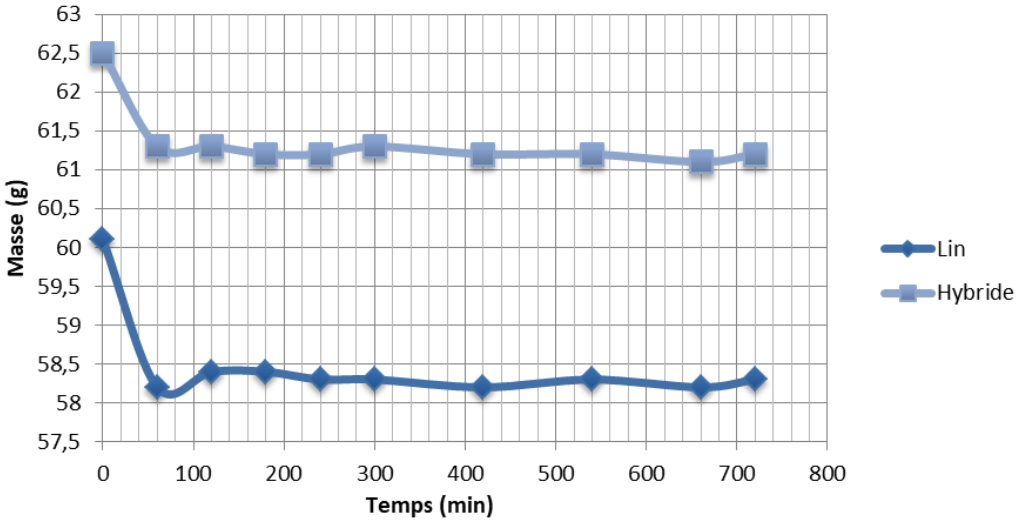


Figure 25 Courbe de désorption des pré-imprégnés de lin et des pré-imprégnés hybride5050 /PA11

Une phase de pré-séchage (Figure 25) des préimprégnés lin/PA11 et des préimprégnés hybride5050/PA11 a été réalisée afin de réduire l'impact de l'hygrométrie sur la qualité des plaques composites. Des coupes micrographiques des échantillons prélevés de la plaque montrent une bonne imprégnation des tissus avec cependant quelques problèmes de cavité (Figure 26) dus à la désorption de l'humidité présente dans les fibres de lin et la matrice PA11. Il s'agit de défauts qui peuvent fragiliser le matériau. Afin de remédier à ce problème, un protocole de séchage (température de séchage : 80°C durant 12 Heures) suivant les consignes des fournisseurs de la matrice et des fibres de lin. Malgré la présence d'un cadre, les rovings en bord de plaque perdent un peu de rectitude et fléchissent légèrement en raison de la pression appliquée. Ce premier essai nous a permis de s'assurer de la compatibilité fibre/matrice ainsi que de la qualité d'imprégnation finale.

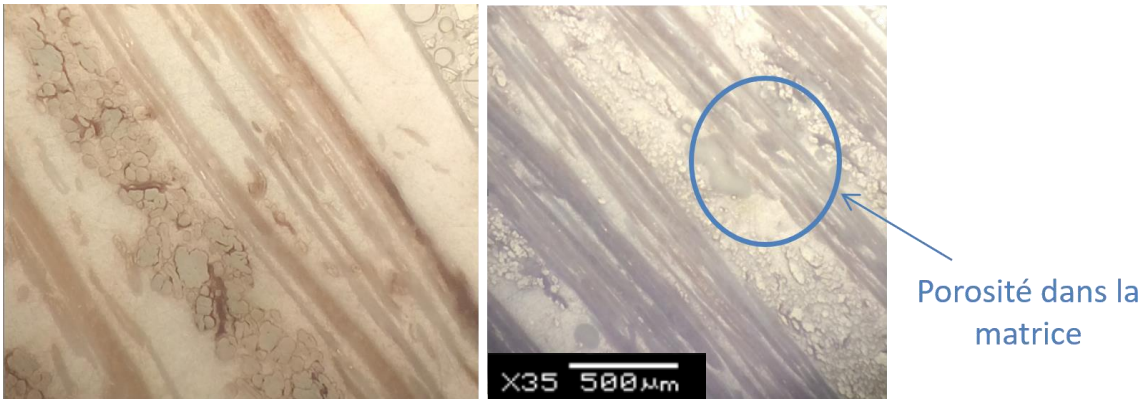


Figure 26 Vue microscopique de l'échantillon Lin/PA11

Pour déterminer les différents paramètres de fabrication (Températures, pression et temps de maintien) nous avons identifié dans un premier temps les propriétés intrinsèques de la fibre de lin (température d'endommagement) ainsi que la matrice PA11(Température de fusion) en se basant sur des résultats existant dans la littérature et à travers un essai DSC. Nous avons déterminé la température de fusion de la matrice PA11 (T_f = +193.9°C) par mesure DSC. Une première plaque renforcée d'un tissé sergé équilibré de fibre de lin d'épaisseur 2.3 mm a été fabriquée en appliquant pression de 7 bars sur l'ensemble des pré-imprégnés pour une température de plateaux de +240°C et pour un temps de maintien de 3 min. Ce premier protocole de fabrication a été réalisé dans le laboratoire du GeM en utilisant une presse hydraulique de type SCAMEX avec une capacité maximale de 75 tonnes et un plateau chauffant de 1 m². Le temps de refroidissement est de 24 min. Il correspond au temps nécessaire de refroidissement de notre plateau pour atteindre la température ambiante du laboratoire qui 23°C. Le refroidissement lent favorise la cristallisation de la matrice ce qui améliore les performances mécaniques du composite [37]. A l'échelle industrielle, nous avons fabriqué nos plaques pour les différents matériaux composite avec notre partenaire KAIROS qui est un fabricant de pièces composites. KAIROS dispose d'une grande presse avec deux plateaux chaud et froid. Ceci nous a permis de fabriquer des grandes plaques de dimensions 1,5 m X 1m. L'utilisation d'un plateau froid a réduit considérablement le temps de refroidissement pour passer de 24 min à 5 min.

Ce procédé de fabrication a été adopté pour la fabrication des différentes plaques des composites suivants : lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/ PA11.

8.1 Protocole de fabrication

Nous avons réalisé plusieurs essais de fabrication de plaque composite en faisant varier la température (200°C, 210°C, 220°C, 230°C et 240°C) et la pression (7bars,5 bars et 3 bars) dans le but d'optimiser le choix des paramètres de la thermocompression. A travers des observations des défauts des plaques fabriquées (couleur foncée, un désalignement des fibres, faible imprégnation des fibres) nous avons choisis les paramètres suivants T = +220°C et P = 5 bars. Une température et pression appliquée plus faible, un temps de cycle plus faible et un état de surface meilleur. Le protocole de fabrication a été adapté aux moyens de fabrication de notre partenaire industriel KAIROS permettant de réduire le temps de refroidissement et de raccourcir le temps de cycle. Les paramètres de la thermocompression finaux sont schématisés dans le diagramme de la Figure 27. La première phase (phase de chauffage) dure trois minutes à une température de 230°C (température du plateau1) et la deuxième phase (phase de refroidissement) dure cinq minutes à une température de 23°C (température du plateau 2).

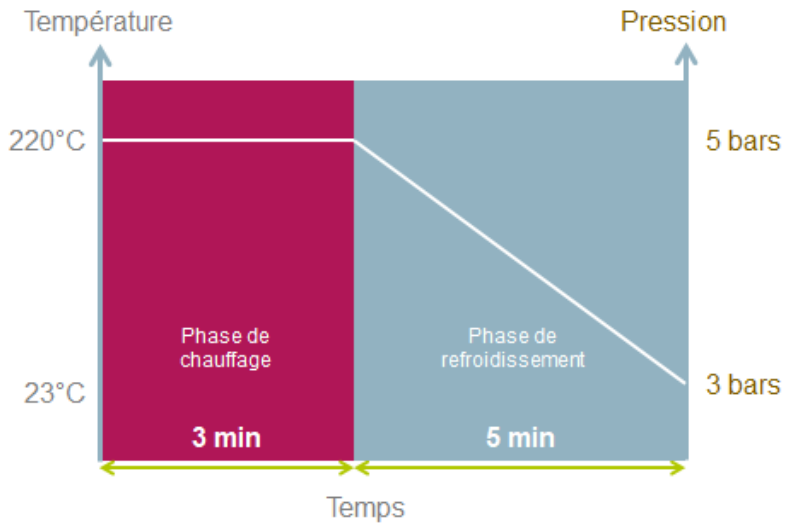


Figure 27 Cycle de thermocompression

8.2 Taux des fibres

La bonne imprégnation des fibres de lin et de basalte avec la matrice PA11 ainsi que la phase de séchage des pré imprégnés (80°C pendant 12 heures) ont permis de réduire considérablement les cavités et porosités. De ce fait nous nous sommes basés sur l'hypothèse que la porosité est faible (voire négligeable) au sein du composite d'où le calcul du V_f selon l'équation (3). Les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite dépendent étroitement du taux de fibre V_f et de matrice V_m, qui vérifient la relation suivante :

$$V_f + V_m = 1 \tag{3}$$

Le taux de fibres V_f est déterminé à partir de :

$$V_f = \frac{\rho_m}{\rho_f \frac{M_c}{M_f} + (\rho_m - \rho_f)} \tag{4}$$

Avec :

- V_f : taux de fibres
- M_f : Masse des fibres
- M_c : Masse du composite
- ρ_f : Masse volumique des fibres
- ρ_m : Masse volumique de la matrice

Le Tableau 13 présente les différents taux volumiques fibres pour les composite étudiés lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11.

	lin/PA11	basalte/PA11	hybride5050/PA11	hybride3070/PA11
Vf (%)	42	27	33	36

Tableau 13 Tableau récapitulatif des taux volumiques de fibres pour les matériaux composites Lin/PA11, Basalte/PA11, Hyb5050/PA11 et Hyb3070/PA11

Le taux de fibre V_f pour les différents matériaux composites est faible : il varie entre 27% pour l'UD basalte/PA11 et 42% pour le composite sergé lin/PA11. Nous constatons aussi que les taux de fibres V_f des matériaux composites étudiés ne sont pas identiques. Ceci est dû à la méthode de poudrage de nos tissus sergé (lin, hybride5050 et hybride3070) et de l'UD basalte réalisé par notre fournisseur DEPESTELE. En effet, le fournisseur applique 50% en masse de PA11 pour 50% en masse pour les différents tissus qui ont des masses volumiques différentes. Une fois les plaques de composites ont été fabriquée, les éprouvettes ont été découpées par jet d'eau (KAIROS) afin de garantir une bonne qualité de découpe et limiter le pré-endommagement des fibres de lin comparé à une découpe laser. Les éprouvettes sont de forme parallélépipédique de 2 mm d'épaisseur (4 couches), 25 mm de largeur et 150 mm de longueur utile selon la norme ISO527.

Les éprouvettes PA11 ont été fabriquées par extrusion dans le laboratoire des élastomères LRCCP selon la norme ISO527. Elles sont de type altère (4 mm d'épaisseur, 10 mm de largeur et une zone utile de longueur 80 mm).

9 Conditionnement

Etant donné la sensibilité à l'humidité des matériaux étudiés (matrice polyamide et fibres végétales) [25], nous avons proposé d'analyser trois niveaux courants d'hygrométrie (HR0 – climat sec, HR50 – climat standard et HR85 – climat humide) pour évaluer les effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques de nos différents matériaux. Dans un premier temps, il a fallu identifier deux protocoles expérimentaux : le premier concerne la désorption du matériau qui permet un retour à un état sec (HR0), les éprouvettes ont été placées dans une étuve (Binder VD-115 équipée d'un groupe de pompage Vaccubrand PC3001) (Figure 28) sous vide à 80°C. Cette température a été choisie selon les consignes du fournisseur de la matrice PA11 (ARKEMA) et des données disponibles dans la littérature sur la résistance thermique préservant l'intégrité des fibres de lin [19],[21],[37]. Le second est, quant à lui, destiné au conditionnement des échantillons aux environnements humides HR50 et HR85. Dans les deux cas, des mesures gravimétriques ont été effectuées afin de suivre l'évolution des masses des éprouvettes et d'identifier le nombre de jours nécessaires pour les processus de désorption/sorption des éprouvettes. Pour la reprise en humidité (HR50 et HR85), les éprouvettes ont été mises dans une enceinte climatique (BINDER KMF115) (Figure 28) à 80°C (même température pour la dessiccation et la reprise d'humidité). Afin de conserver les niveaux d'hygrométries des différents

matériaux lors des essais de caractérisation, les éprouvettes ont été ensachées par lot de cinq dans des sacs étanches.

La variation de de la teneur en humidité M_t [101] est calculée à l'aide de :

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \quad (5)$$

Avec :

- m_0 Masse initiale
- m_t Masse de l'éprouvette

Nous avons aussi vérifié l'impact de la température de conditionnement sur l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux. Le processus de désorption des éprouvettes PA11 est réalisé à la température T1 (50°C) et à la température T2 (80°C). Le choix de la température T1 est lié à la température de transition vitreuse Tg de la matrice PA11 (Tg= 54°C pour HR50 selon les données d'ARKEMA).

(a) (b)

Figure 28 (a) Binder VD-115 équipée d'un groupe de pompage Vaccubrand PC3001 / (b) enceinte climatique (BINDER KMF115)

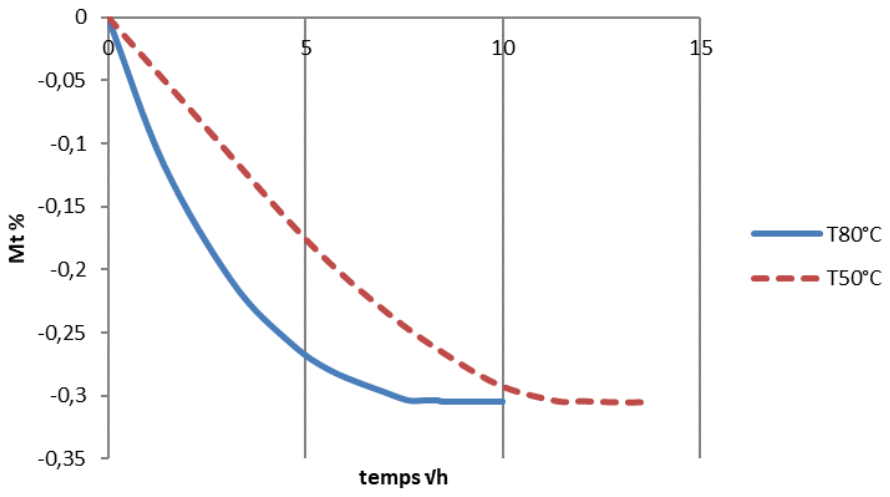


Figure 29 Variation de la teneur en humidité (Mt) en fonction de la racine carré du temps (heures) pour le PA11 à T50°C et T80°C

La désorption du PA11 dure 3 jours à +80°C et 7 jours à +50°C (Figure 29).

Nous avons ensuite réalisé un essai de traction des deux éprouvettes conditionnées afin de mettre en évidence l'impact de la température de conditionnement sur le comportement mécanique (Figure 30).

Les courbes de traction des éprouvettes PA11 désorbées à +50°C et +80°C sont très proches et démontrent que la température de +80°C n'a pas d'impact significatif sur l'évolution des caractéristiques mécaniques du PA11. L'application de la température T à +80°C permet de gagner 3 jours pour la désorption.

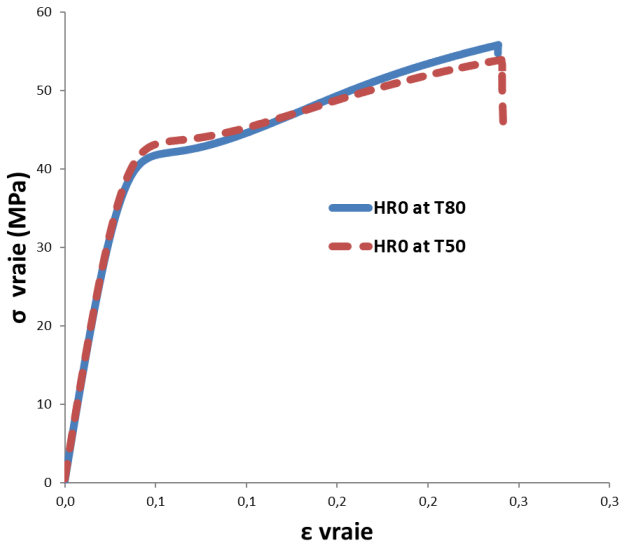


Figure 30 Essais de traction σ vraie = f (ε vraie) pour la matrice PA11 conditionnée à T50°C et T80°C à HR0 et pour T23°C.

Nous avons ensuite procédé au conditionnement des éprouvettes des matériaux PA11, lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 pour les trois niveaux d'hygrométrie HR0, HR50 et HR85. Une fois le conditionnement effectué, les éprouvettes conditionnées ont été ensachées dans des sacs étanches afin de garder leurs niveaux d'humidité (Figure 31). Pour notre étude expérimentale et afin de s'assurer de la répétabilité de nos essais et éliminer l'impact du facteur naturel sur la dispersion des résultats nous avons préconisé cinq éprouvettes par essais pour toutes les combinaisons de matériaux composites ainsi que la matrice PA11. Pour cela nous avons conditionné en total 195 éprouvettes.

(a) (b)

Figure 31 (a) Eprouvettes avant le conditionnement – (b) éprouvettes conditionnées

9.1 Conditionnement HR0

Les mesures gravimétriques ont été relevées pour chaque matériau afin de suivre la variation de la masse des éprouvettes durant le conditionnement. Ces mesures nous ont permis de déterminer la variation de la teneur en humidité M_t pour chaque matériau et d'identifier le temps nécessaire pour leur désorption afin d'atteindre l'état HR0.

La Figure 32 présente la variation M_t pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11.

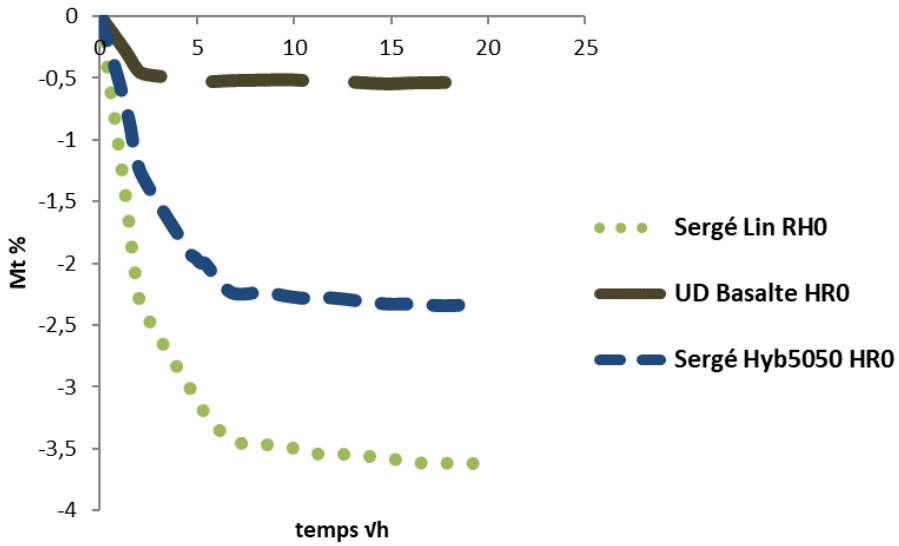


Figure 32 Variation de de la teneur en (Mt) en fonction de la racine carrée du temps (en heures)

La comparaison des courbes met en évidence la différence de sensibilité à l'humidité des composites étudiés. Le composite UD basalte/PA11 présente la plus grande résistance à l'humidité avec un temps de séchage de trois jours comparés aux dix jours nécessaires pour le sergé lin/PA11 et une de la teneur en humidité de 0.5% contre 3.5% pour le composite lin/PA11. Nous constatons que le composite

hybride5050/PA11 a une sensibilité à l'hygrométrie plus faible que le composite lin/PA11 grâce à la présence des fibres de basalte. La teneur en humidité du hybride5050/PA11 est de 2.2% soit 40% plus faible que celui du lin/PA11. L'hybridation a permis de réduire la sensibilité du composite hybride à l'humidité. Afin de mieux comprendre la répartition de l'humidité au sein du composite hybride5050/PA11, nous avons proposé de calculer M_t théorique à partir de la loi des mélanges (6).

$$M_{t_{hyb5050}} = 0.5\, M_{t_{lin}} + 0.5\, M_{t_{basalte}} \quad (6)$$

La valeur de M_t théorique est de 2 %. Nous remarquons que la teneur en humidité du composite hybride5050/PA11 n'est pas tout à fait proportionnel aux taux de fibres de lin et de basalte (50%, 50%) mesuré à 2.2%, soit un écart de 10% entre les M_t expérimental et théorique. Ce résultat montre que la répartition de la teneur en humidité n'est pas uniforme entre les fibres, la matrice et l'interface fibre/matrice.

9.2 Conditionnement HR50

Nous avons utilisé la même procédure pour déterminer les protocoles de conditionnement de la matrice PA11 et des différents matériaux composites. Nous avons effectué une comparaison entre la courbe de traction du PA11 à HR50 et la courbes de traction PA11 non conditionné (reçu directement du fournisseur LRCCP) (Figure 33).

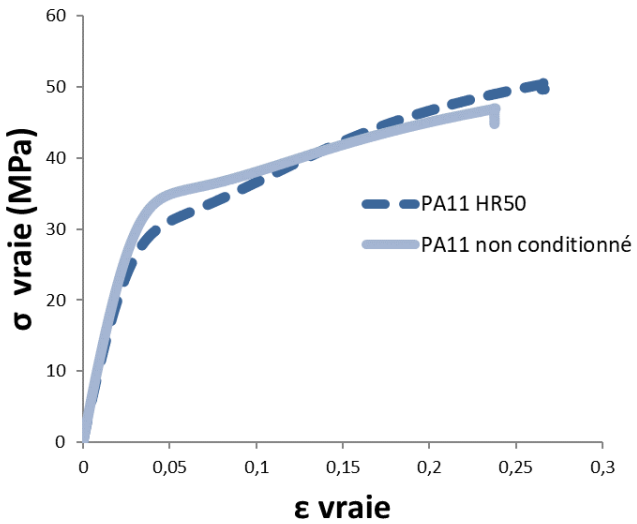


Figure 33 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) pour la matrice PA11 conditionnée à HR50 et la matrice PA11 non conditionnée à T23°C.

Nous constatons que les deux courbes des éprouvettes PA11 conditionnées et non conditionnées sont presque identiques, ce qui montre une similarité du taux d'humidité présent dans les deux éprouvettes. Il faut noter que l'humidité relative annoncé à Nantes le jour des essais de caractérisation est à 60%. L'impact de

l'humidité sur le comportement mécanique de la matrice PA11 sera détaillé dans le chapitre expérimental.

L'évolution de M_t est représentée pour la matrice PA11 sur la Figure 34 et pour les composites lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 sur la Figure 35.

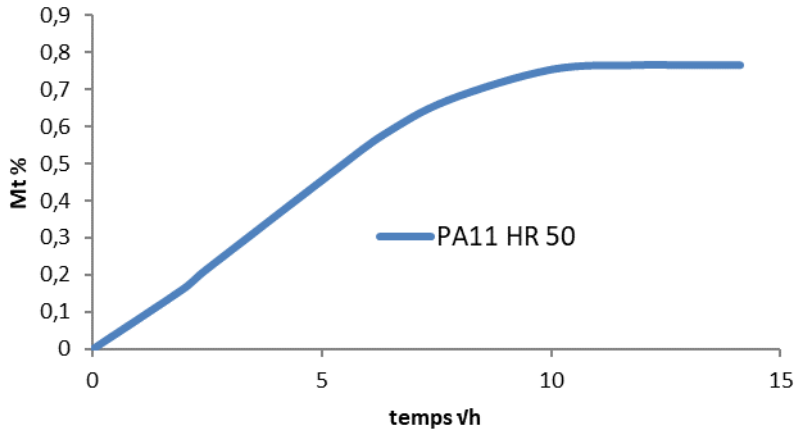


Figure 34 Variation de la teneur en humidité (Mt) en fonction de la racine carrée du temps (heures) pour le PA11 à HR50

La teneur en humidité du PA11 est à 0.8%. Elle arrive au niveau de saturation HR50 au bout de 4 jours de conditionnement à +80°C (dans une enceinte climatique).

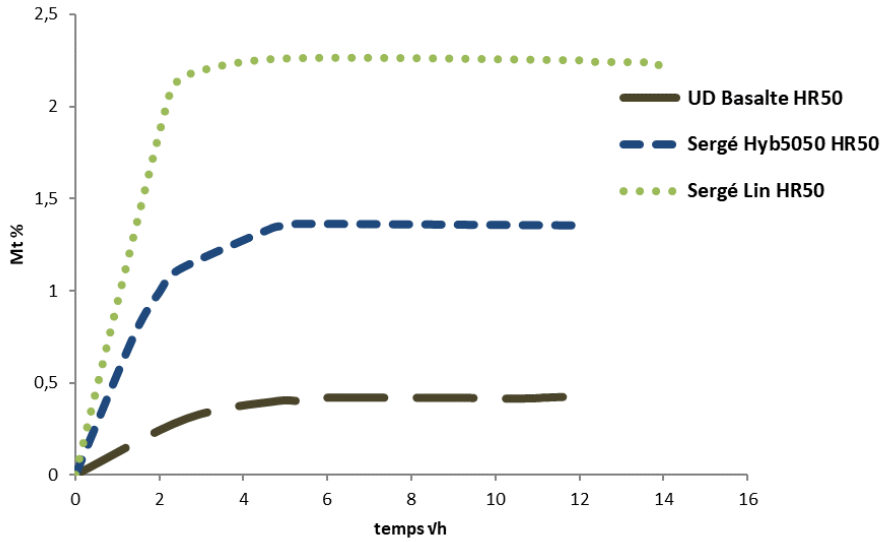


Figure 35 Variation de la teneur en humidité (Mt) en fonction de la racine carrée du temps (heures) pour le lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11à HR50

Les courbes de la variation de la teneur en humidité M_t pour HR50 montrent un différentiel relativement important entre les composites Basalte/PA11 (0.42 % de prise d'humidité) et le composite Lin/PA11 (2.22 % de prise d'humidité). En effet, les fibres de basalte sont des fibres minérales ayant une très faible reprise d'humidité.

Concernant les composites hybride5050/PA11, nous remarquons que la prise d'humidité reste inférieure à celle du lin avec M_t = 1.33%.

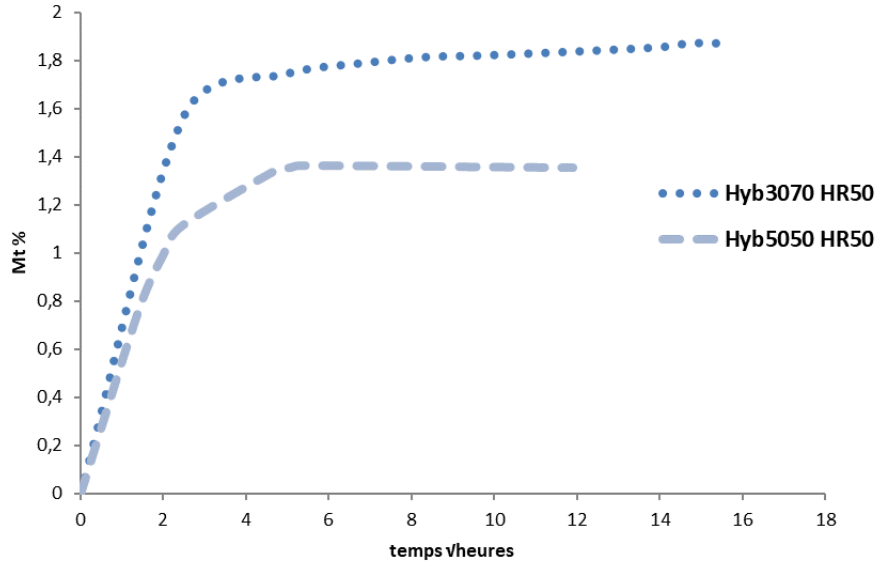


Figure 36 Variation de la teneur en humidité (Mt) en fonction de la racine carrée du temps (temps) pour le lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 à HR50

Nous avons comparé les protocoles de conditionnement pour le composite hybride5050/PA11 (50% lin, 50% basalte) et le composite hybride3070/PA11 (70% lin, 30% basalte) afin de mieux comprendre l'impact de la variation des taux de fibres sur la variation de la teneur en humidité (Figure 36).

Nous constatons que la Teneur en humidité reste inférieure à celle du lin : 1.70% pour hybride3070/PA11 et elle est supérieure à celle du composite hybride5050/PA11 (M_t = 1.33%). Après avoir calculé les M_t théoriques pour le composite hybride5050/PA11 et le composite hybride3070/PA11, nous pouvons considérer que le taux d'humidité est étroitement lié aux taux de fibres de lin et de basalte présents dans chaque matériau composite hybride. En effet, le $M_t$théorique du hybride5050/PA11 est de 1.32% et de 1.68% le hybride3070/PA11.

9.3 Conditionnement HR85

L'évolution de la teneur en humidité Mt pour PA11 est montrée dans la Figure 37

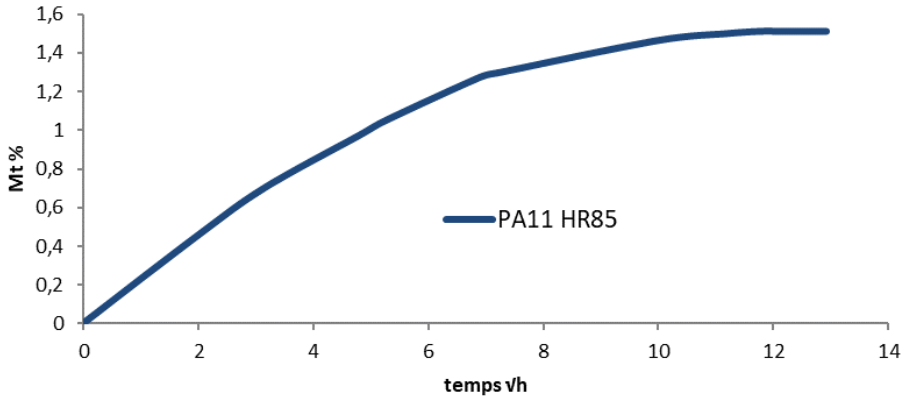


Figure 37 Variation de la teneur en humidité (Mt) en fonction de la racine carrée du temps (heures) pour le PA11 à HR85

La reprise d'humidité pour le PA11 s'élève à 1.57%, la saturation HR85 est atteinte après 6 jours de conditionnement à +80°C (dans une enceinte climatique). La variation de M_t est représentée sur la Figure 38 pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11.

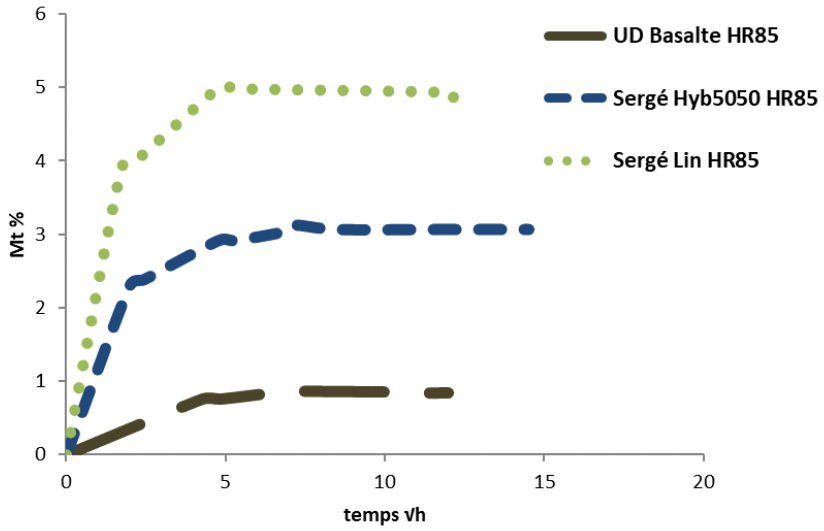


Figure 38 Variation de la teneur en humidité (Mt) en fonction de la racine carrée du temps (heures) pour le lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11_absorption HR85

La reprise d'humidité des différents composites est représentée dans le Tableau 14.

	Basalte	Hyb5050	Lin
Teneur en humidité %	0.83	3.06	4.89

Tableau 14 Teneur en humidité à HR85 pour les composites Basalte/PA11, Lin/PA11, hybride5050/PA11

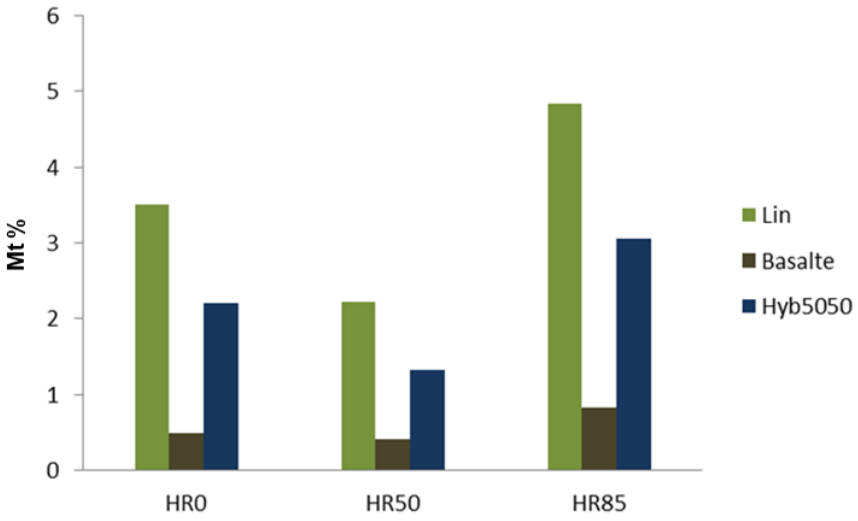


Figure 39 Diagramme comparatif des teneurs en humidité M_t pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11

Nous remarquons que la teneur en humidité pour le composite lin/PA11 (4.89%) à HR85 est relativement important comparé au composite basalte/PA11 (0.83%) puisqu'il est 6 fois plus élevé. La teneur en humidité du composite hybride5050/PA11 (3,06%) reste inférieur à celui du composite lin/PA11, nous pouvons conclure que l'hybridation permet de réduire la sensibilité à l'hygrométrie du matériau bio-composite hybride. Le diagramme de la Figure 39 présente une comparaison des différents niveaux d'humidité (HR0, HR50 et HR85) des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11.

10 Conclusion

Nous nous sommes intéressés dans ce chapitre à l'élaboration et la fabrication de plusieurs variantes de composites pour la phase de caractérisation mécanique, de plus nous avons défini les protocoles de conditionnement des matériaux étudiés et nous avons analyser l'impact de l'hybridation sur la sensibilité à l'humidité de nos matériaux. Nous avons commencé dans un premier temps par choisir un procédé de fabrication compatible avec les contraintes de la production automobile qui est la thermocompression. Ensuite, nous avons défini le cycle de fabrication en se basant sur les propriétés intrinsèques de la matrice PA11 et la sensibilité des fibres de lin aux températures élevées. Ainsi nous avons déterminé la température, le temps de maintien et la pression appliquée pour les deux phases de la thermocompression (phase de chauffage et phase de refroidissement). La deuxième partie de ce chapitre a été consacrée au conditionnement des éprouvettes de la matrice PA11 et des différents composites étudiés. Pour cela nous avons déterminé les protocoles de conditionnement pour chaque matériau et pour trois niveaux d'humidité : HR0, HR50 et HR85. Nous avons confirmé que le composite basalte/PA11 présente la plus faible

reprise d'humidité comparé au composite lin/PA11. De plus, nous avons noté que le composite lin/PA11 est très sensible à l'humidité à cause de la sensibilité de la fibre de lin et de la matrice PA11 à l'humidité. Enfin pour le composite hybride5050/PA11, nous avons pu considérer que l'hybridation permet de limiter l'absorption de l'humidité pour HR50 et HR85. Cette limitation est proportionnelle aux taux de fibres de lin et de basalte. Cependant cette relation de proportionnalité (M_t théorique) n'est pas applicable pour l'état de saturation (HR85), ceci peut être lié à l'évolution de la diffusion de l'humidité au sein de composite pour des HR élevé.

Dans le chapitre suivant, nous allons s'intéresser à l'impact de l'humidité sur l'évolution des propriétés mécaniques de la matrice polyamide PA11 et des matériaux composites lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11.

Chapitre III
Etude expérimentale

Chapitre III : Etude expérimentale

1 Introduction

Nous proposons dans ce chapitre la caractérisation expérimentale de la matrice thermoplastique PA11 et celles des composites étudiés : lin/PA11 (sergé ,4 plis ,2 mm d'épaisseur), basalte/PA11 (UD, 4 plis, 2 mm d'épaisseur), hybride50/50 (sergé, 4 plis et 2 mm d'épaisseur) et hybride30/70 (sergé, 4 plis et 2 mm d'épaisseur). Les objectifs principaux de la phase expérimentale sont l'identification des caractéristiques mécaniques des matériaux étudiés (module d'Young, coefficient de Poisson, contrainte à rupture...) et la compréhension de l'impact de l'hybridation sur les propriétés mécaniques du composite hybride5050/PA11 et hybride3070. De plus, nous nous intéressons à l'étude de l'influence de l'hygrométrie sur l'évolution de la réponse des matériaux composites sachant que la fibre de lin ainsi que la matrice PA11 sont sensibles à l'humidité. Trois niveaux d'humidité sont considérés dans ces travaux : HR0, HR50 et HR85. Tous les essais ont été réalisés à une température ambiante de 23°C. Une étude comparative entre le composite hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 permettra de mettre en évidence l'impact de la variation des taux de fibres sur l'évolution de leur comportement mécanique. Nous allons aussi identifier et suivre l'évolution de la dispersion des résultats mécaniques en fonction de la nature des matériaux étudiés et des niveaux d'humidité (HR0, HR50 et HR85). L'étude de l'endommagement mécanique des matériaux composites sera examinée à travers une analyse microscopique des faciès de rupture des éprouvettes selon la direction de chargement.

2 Spécifications expérimentales

2.1 Matrice d'essais

Les essais quasi-statiques (Tableau 15) ont été réalisés pour trois niveaux d'humidité (HR0, HR50 et HR85), à température ambiante (+23°C) et pour différentes directions (0°/45°/90°) qui permettent de déterminer respectivement les propriétés mécaniques longitudinales, de cisaillement plan et transversales.

	HR0/T +23°C	HR50/T +23°C	HR85/T +23°C
Sergé LIN/PA11	0°/45°/90°	0°/45°/90°	0°/45°/90°
UD Basalte/PA11	0°/45°/90°	0°/45°/90°	0°/45°/90°
Sergé Hybride5050/PA11	0°/45°/90°	0°/45°/90°	0°/45°/90°
Sergé Hybride3070/PA11	0°/45°/90°	0°/45°/90°	0°/45°/90°
PA11	X	X	X

Tableau 15 Matrice des essais de caractérisation pour le lin, basalte, hybride et le PA11

Pour garantir la répétabilité des essais, 5 éprouvettes ont utilisées pour chaque essai de traction

2.2 Eprouvettes utilisées

Les éprouvettes utilisées pour les essais quasi-statiques de la matrice thermoplastique PA11 sont de type altère, leurs dimensions sont définies selon la norme ISO527comme suit :h : 2 mm d'épaisseur, l : 10 mm de largeur et une zone utile Lu de longueur 80 mm et une longueur totale L de 170 mm. (Figure 40)

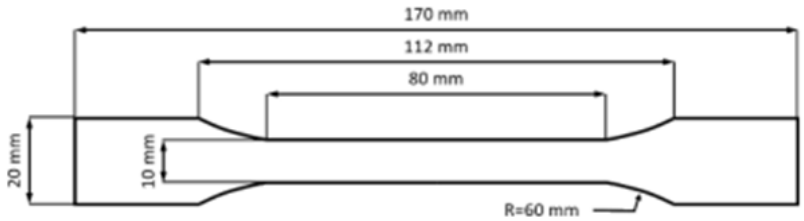


Figure 40 Dimensions des éprouvettes pour les essais quasi-statiques de la matrice PA11

Pour les matériaux composites, nous avons utilisé des éprouvettes parallélépipédiques conformément aux prescriptions de la norme ISO527. Les dimensions sont présentées sur la Figure 41 : h : 2 mm d'épaisseur, l : 25 mm de largeur ; Lu :150 mm de longueur utile et une longueur totale L de 250 mm.

Figure 41 Dimensions des éprouvettes pour les essais quasi-statiques des matériaux composites

2.3 Machine d'essai et moyen de mesure

Les essais de traction quasi-statique ont été menés sur une machine d'essai universelle (type INSTRON 5584) disponible au laboratoire GeM (Figure 42). La déformation de l'éprouvette est déterminée par corrélation d'images numériques. Pour cela, la machine est équipée d'un dispositif de mesure de déformation par vidéométrie, utilisant une caméra vidéo numérique haute définition STEMMER GT 6600. Les images sont traitées par un logiciel de corrélation d'image (VIC-2D) qui

permet de calculer les déformations locales longitudinales et transversales sur la zone étudiée de l'éprouvette. Le post traitement permet d'accéder aux déformations longitudinale et transversale conventionnelles (ou dites encore « ingénieures ») sur la partie utile de l'éprouvette.

Figure 42 Laboratoire du GeM / Machine de traction Instron 5584 avec équipement pour des essais à traitement d'image

2.4 Traitement des données expérimentales

Nous avons déterminé dans un premier temps les contraintes conventionnelles $\boldsymbol{\sigma_n}$ à partir de la relation suivante :

$$\sigma_n = \frac{F}{S_0} \tag{7}$$

Avec :

- F: force appliquée
- S_0: section initiale de l'éprouvette

Les déformations conventionnelles ε_n sont récupérées directement de l'outil de traitement d'image VIC 2D.

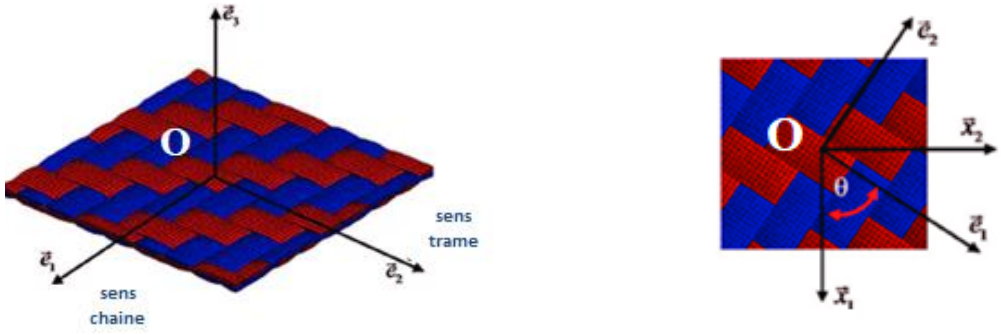
Nous avons choisi de calculer et d'exploiter les contraintes et les déformations vraies afin de s'affranchir des effets de grandes déformations. Par ailleurs, ces valeurs pourront être utilisées pour les calculs de crash. $\boldsymbol{\sigma_{vraie}}$ et $\boldsymbol{\varepsilon_{vraie}}$ sont déterminées à partir des transformations suivantes :

$$\sigma_{vraie} = \sigma_n(1 + \varepsilon_n) \tag{8}$$

$$\varepsilon_{vraie} = ln(1 + \varepsilon_n) \tag{9}$$

L'analyse des essais de traction quasi-statiques permet d'identifier le comportement de ces matériaux leurs caractéristiques mécaniques (relation de comportement, endommagements, contraintes/déformations à rupture …). Les matériaux composites sont considérés comme des matériaux isotropes transverses en regard de leurs symétries géométriques [109]. Cette hypothèse permet de simplifier les relations entre

les contraintes et déformations pour les différentes orientations. Les contraintes et déformations calculées sont locales et sont extraites des quantités mesurées dans le plan global de la machine (a) Système de coordonnées locales (b) Système de coordonnées globales (Figure 43). Le Tableau 16 montre les quantités calculées en fonction des différents matériaux composite dans le système de coordonnées locales $(O, \vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$. L'essai de traction étant réalisé dans la direction $\vec{x}_1$.



(a) Système de coordonnées local **(b) Système de coordonnées global**

Figure 43 Systèmes de coordonnées local et global d'un matériau composite

	Traction à rupture $[0]_4$	**Traction à rupture $[90]_4$**	**Traction à rupture $[45]_4$**
Sergé lin/PA11	$E_{11}, \nu_{12}, \varepsilon_{11}^R, \sigma_{11}^R$	$E_{22}, \nu_{21}, \varepsilon_{22}^R, \sigma_{22}^R$	$G_{12}, \gamma_{12}^R, \sigma_{12}^R$
UD basalte/PA11			
Sergé hybride5050/PA11			
Sergé hybride3070/PA11			

Tableau 16 Paramètres mécaniques des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride/PA11

Cette étude permettra de faire une comparaison entre le module longitudinale et le module transversale du basalte/PA11 et de vérifier que les autres composites sergés sont bien équilibrés.

Les différentes propriétés mécaniques des matériaux étudiés (matrice et matériaux composite) ont été déterminées à partir des courbes expérimentales des différents essais de traction. Cinq éprouvettes ont été utilisées par essai afin de garantir la répétabilité de l'essai et de déterminer l'écart type ainsi que la dispersion de nos résultats, ce qui donne un ensemble de195 essais traction réalisés pour les différents matériaux pour trois orientations (matériaux composites) et à trois niveaux d'humidité (HR0, HR50 et HR85). Nous avons utilisé la méthode des moindres carrés pour la détermination des modules d'élasticité de chaque matériau mais aussi de la limite d'élasticité quand il s'avérait être nécessaire. En effet, nous déterminons itérativement le coefficient de régression (r^2) pour les courbes contrainte-déformation vraies de l'origine de la courbe au couple contrainte-déformation courant en utilisant l'équation suivante :

$$r^2 = \frac{\mathrm{Cov}\ (\varepsilon\ \mathrm{vraie}, \sigma\ \mathrm{vraie})}{\mathrm{V}\ (\varepsilon\ \mathrm{vraie})} \quad (10)$$

Le coefficient de régression choisi pour le calcul du module d'élasticité correspond à la valeur 0.99. Cette méthode est appliquée pour la détermination des différents modules d'élasticité pour les matériaux étudiés avec le même coefficient de régression afin de garantir une homogénéité au niveau de traitement des résultats expérimentaux.

Les différentes propriétés mécaniques présentées dans la suite du manuscrit représentent des valeurs moyennes associées à des écart types calculés en fonction des résultats déterminés pour les différentes éprouvettes (cinq éprouvettes par essai). Les courbes représentatives du comportement mécanique illustrées dans ces travaux pour chaque matériau sont sélectionnées à partir de leurs propriétés mécaniques. Les courbes choisies correspondent aux courbes dont les caractéristiques sont les plus proches des valeurs moyennes calculées pour chaque essai.

3 Caractérisation expérimentale à l'état sec HR0

Dans un premier temps les essais quasi-statiques ont été réalisés à l'état sec HR0 et à température ambiante (+23°C) pour les différentes directions (0°/45°/90°). Le choix du niveau d'hygrométrie et de la température a été décidé dans le but d'éliminer les effets des conditions environnementales sur le comportement mécanique des composites étudiés, les fibres de lin étant sensibles à l'humidité et aux températures élevées [8]. Cette démarche permettra d'isoler et de simplifier l'analyse de l'impact de l'hybridation sur le comportement mécanique du matériau hybride5050/PA11.

3.1 Caractérisation de la matrice PA11

Nous nous intéressons dans cette partie à l'étude du comportement mécanique de la matrice PA11 à l'état sec à HR0 et pour différentes vitesses de sollicitation (V1 :1 mm/min, V2 : 5 mm/min, V3 : 10 mm/min et V4 : 20 mm/min). L'analyse des résultats de cette caractérisation permettra à la fois de déterminer les propriétés mécaniques du PA11 et d'identifier l'influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique de la matrice. Les résultats présentés sur la Figure 44 correspondent aux courbes représentatives du comportement en traction pour le polymère PA11 et pour quatre vitesses de sollicitation. Nous remarquons que la vitesse de sollicitation a une légère influence sur le comportement mécanique du PA11 : en effet, les caractéristiques élastiques augmentent pour les vitesses de sollicitations les plus élevées. De plus, nous constatons que les parties au-delà de l'élasticité, parties non linéaires, restent relativement parallèles. L'ensemble des propriétés mécaniques en quasi-statique du PA66 pour chaque vitesse de sollicitations est présenté dans le Tableau 16.

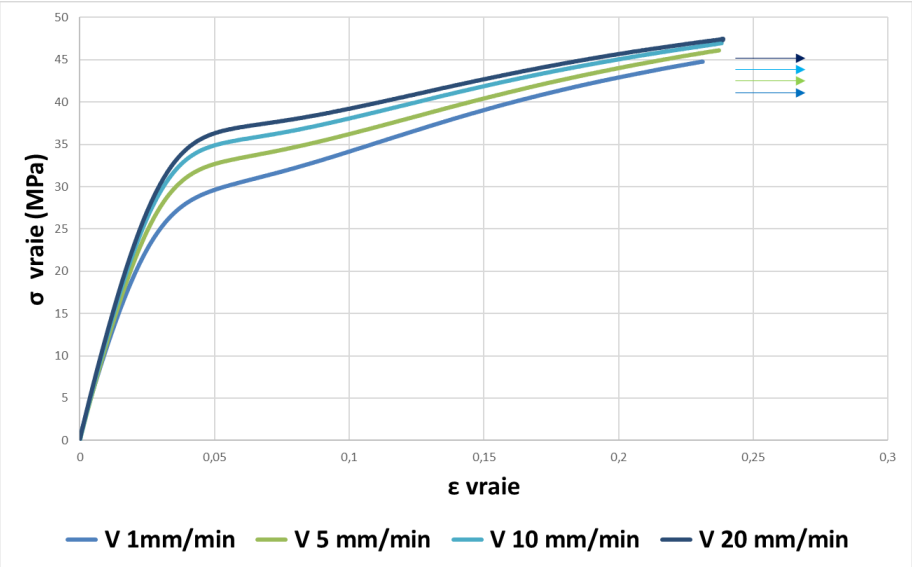


Figure 44 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) pour la matrice PA11 pour quatre vitesses de sollicitation à HR0 et pour T23°C.

Vitesse de sollicitation	V 1 mm/min	V 5 mm/min	V 10 mm/min	V 20 mm/min
Vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}\ 10^{-3}s^{-1}$	0.16	0.8	1.7	3.2
Module d'Young (MPa)	1075	1200	1280	1367
σ élastique (MPa)	12.95	7.46	6.12	4.6
ε élastique	0.012	0.006	0.04	0.03

Tableau 17 Caractéristiques mécanique du PA11 pour quatre vitesses de sollicitions pour HR0 et T23°C

3.2 Caractérisation du composite lin/PA11

Le matériau composite lin/PA11 est formé par quatre couches (d'épaisseur 0.5 mm) d'un composite sergé 2x2 équilibré à fibres de lin et de matrice polyamide 11. La fraction volumique de fibres (V_f) est égale à 42%. Les plaques composites fabriquées par notre partenaire KAIROS sont caractérisées par une densité de 1.18 g/cm^3 et une épaisseur de 2 mm. Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques du composite lin/PA11 (valeurs moyennes pour les cinq essais de tracions) sont illustrées dans le Tableau 18, ces caractéristiques mécaniques ont été déterminées à la suite d'essais de traction statique pour les trois orientations 0°, 45° et 90°.

Orientation 0°		Orientation 45°		Orientation 90°	
$E_{11}(MPa)$	$\nu_{12}\ (-)$	$G_{12}\ (MPa)$		$E_{22}(MPa)$	$\nu_{21}\ (-)$
10100±1340	0.04±0.02	949±143		12807±1200	0.05±0.153
$\sigma_{11}^{R}\ (MPa)$	$\varepsilon_{11}^{R}\ (-)$	$\sigma_{12}^{R}\ (MPa)$	$\gamma_{12}^{R}\ (-)$	$\sigma_{22}^{R}\ (MPa)$	$\varepsilon_{22}^{R}\ (-)$
70±11	0.009±0.01	22±5	0.04±0.02	93±7	0,008±0.002

Tableau 18 Caractéristiques mécaniques du composite lin/PA11 HR0 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

Nous remarquons que le comportement du composite lin/PA11 dans la direction chaine et trame est un comportement non linéaire pour HR0 à T23°C. La courbe contrainte-déformation de la fibre de lin fait apparaitre deux parties quasi-linéaires (Figure 45). La première partie linéaire coïncide au chargement global de la fibre traduit par une élongation dans le sens de sollicitation, la deuxième partie est non linéaire, elle reflète une déformation complexe de la fibre de lin. Cette interprétation du comportement du composite lin/PA11 repose sur les hypothèses suivantes : les interfaces sont parfaites, les faisceaux et torons se déforment comme une fibre micrométrique et l'architecture du tissu a faible impact sur le comportement du composite Nous constatons aussi que le module longitudinal E_{11} et le module transversal E_{22} sont relativement proche ($E_{11} = 10100\ MPa$, $E_{22} = 12807\ MPa$) grâce à la nature du tissu sergé équilibré. Néanmoins, la différence d'environ 20% entre les deux modules pourrait être liée à des défauts de fabrication par rapport à l'alignement des fibres de lin, cette différence est réduite lorsqu'on prend en considération la dispersion des résultats (écart type E_{11} : ±1340, E_{22} : ±1200). Pour la contrainte de rupture et la déformation de rupture, nous pouvons observer une certaine similarité entre la direction longitudinale et transversale ($\sigma_{11}^R = 70\ MPa$, $\sigma_{22}^R = 93MPa$ et $\varepsilon_{11}^R = 0.009$, $\varepsilon_{22}^R = 0.008$). Le comportement en cisaillement plan implique beaucoup plus la matrice PA11, le module de cisaillement est de 949 MPa avec une contrainte à rupture σ_{12}^R de 22 MPa et une déformation à rupture γ_{12}^R de 0.04.

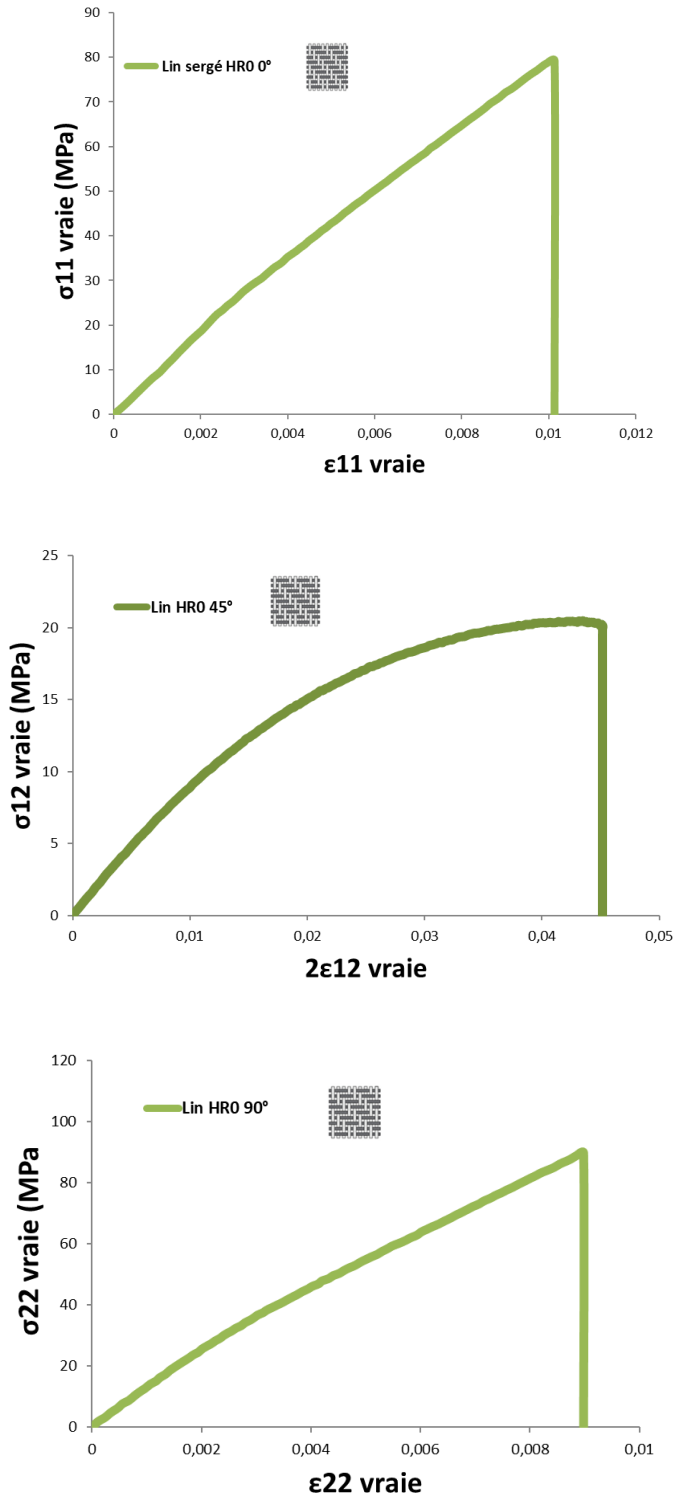


Figure 45 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour les composites lin/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0 et pour T23°C

3.3 Caractérisation du composite basalte/PA11

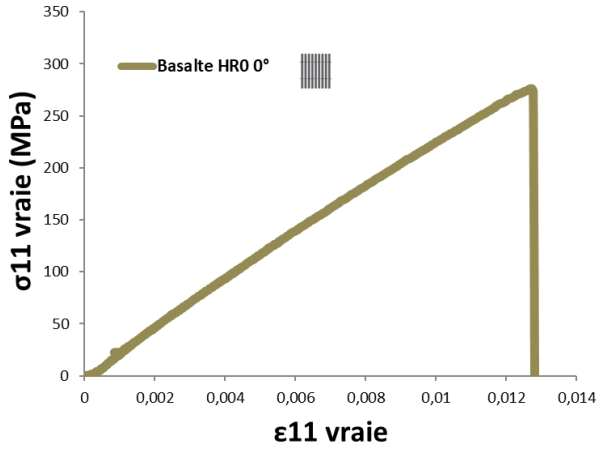
Le matériau composite basalte/PA11 est formé par quatre couches (d'épaisseur 0.5 mm) d'un composite UD à fibres de basalte et de matrice polyamide 11. La fraction volumique de fibre (V_f) est égale à 27%. Les plaques composites fabriquées par notre

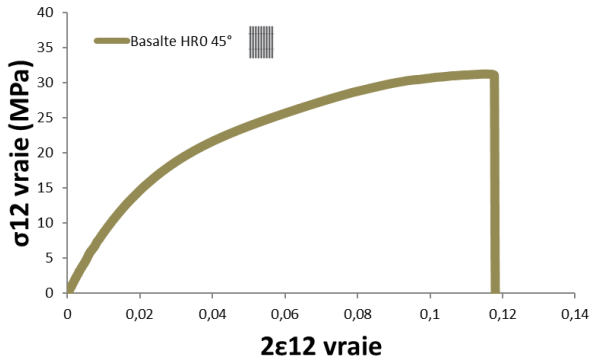
partenaire KAIROS ont une densité de 1.48 g/cm^3 et une épaisseur de 2 mm. Le Tableau 19 regroupe les caractéristiques mécaniques longitudinales, transversales et de cisaillement du composite UD Basalte/PA11 à 23°C.

Orientation 0°		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
$E_{11}(MPa)$	$\nu_{12}\,(-)$	$G_{12}\,(MPa)$		$E_{22}(MPa)$	$\nu_{21}\,(-)$
23300±3900	0.18±0.02	801±156		4220±545	0.032±0.07
$\sigma_{11}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{11}^{R}\,(-)$	$\sigma_{12}^{R}\,(MPa)$	$\gamma_{12}^{R}\,(-)$	$\sigma_{22}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{22}^{R}\,(-)$
305±37	0.01±0.005	30±5	0.12±0.02	71±8	0,019±0.01

Tableau 19 Caractéristiques mécaniques du composite basalte/PA11 HR0 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

Nous remarquons que le comportement du composite basalte/PA11 dans la direction chaine et trame est un comportement élastique fragile pour HR0 à T23°C (Figure 46). Nous constatons aussi que le module longitudinal E_{11} et le module transversale E_{22} sont très différents ($E_{11} = 23300\,MPa\,, E_{22} = 4220\,MPa$). Cette différence se manifeste aussi pour les contraintes de rupture ($\sigma_{11}^{R} = 305\,MPa$ et $\sigma_{22}^{R} = 71\,MPa$), cela est dû à la nature du renfort unidirectionnel. Nous constatons aussi que le module transversale E_{22} est relativement élevé ce qui s'expliquer par un défaut de fabrication avec une désorientation des fibres de basalte.





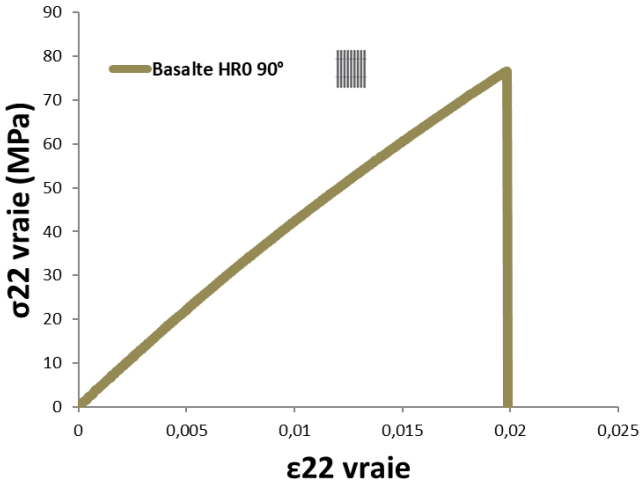


Figure 46 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour les composites lin/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0 et pour T23°C

3.4 Caractérisation du composite hybride5050/PA11

Le matériau composite hybride5050/PA11 est formé par quatre couches (d'épaisseur 0.5 mm) d'un composite sergé 2x2 équilibré à fibres de lin, fibre de basalte à proportion équivalente et de matrice polyamide 11. La fraction volumique de fibre (V_f) est égale à 33%. Les plaques composites fabriquées par notre partenaire KAIROS ont une densité de 1.36 g/cm^3 et une épaisseur de 2 mm. Les caractéristiques du composite hybride5050/PA11 HR0 à 23°C sont présentées au Tableau 20.

Orientation 0°		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
10220±650	0.05±0.05	1240±150		11400±680	0.05±0.2
$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
94±7	0.01±0.002	33±3	0.08±0.02	101±3	0,01±0.002

Tableau 20 Caractéristiques mécaniques du composite hyb5050/PA11 HR0 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

Nous remarquons que le comportement du composite hybride5050/PA11 dans la direction chaine et trame est un comportement élastique fragile pour HR0 à T23°C (Figure 47). Nous constatons aussi que le module longitudinal E_{11} et le module transversal E_{22} sont presque identiques ($E_{11} = 10220\ MPa$, $E_{22} = 11400\ MPa$) grâce au tissu sergé équilibré, de même pour les contraintes de rupture ($\sigma_{11}^R = 94\ MPa$ et $\sigma_{22}^R = 101\ MPa$). Nous pouvons constater une légère amélioration du module longitudinal ($E_{11} = 10220\ MPa$) du composite hybride5050/PA11 comparé au composite lin/PA11 ($E_{11} = 10100\ MPa$) à l'état sec HR0 et pour T23°C.

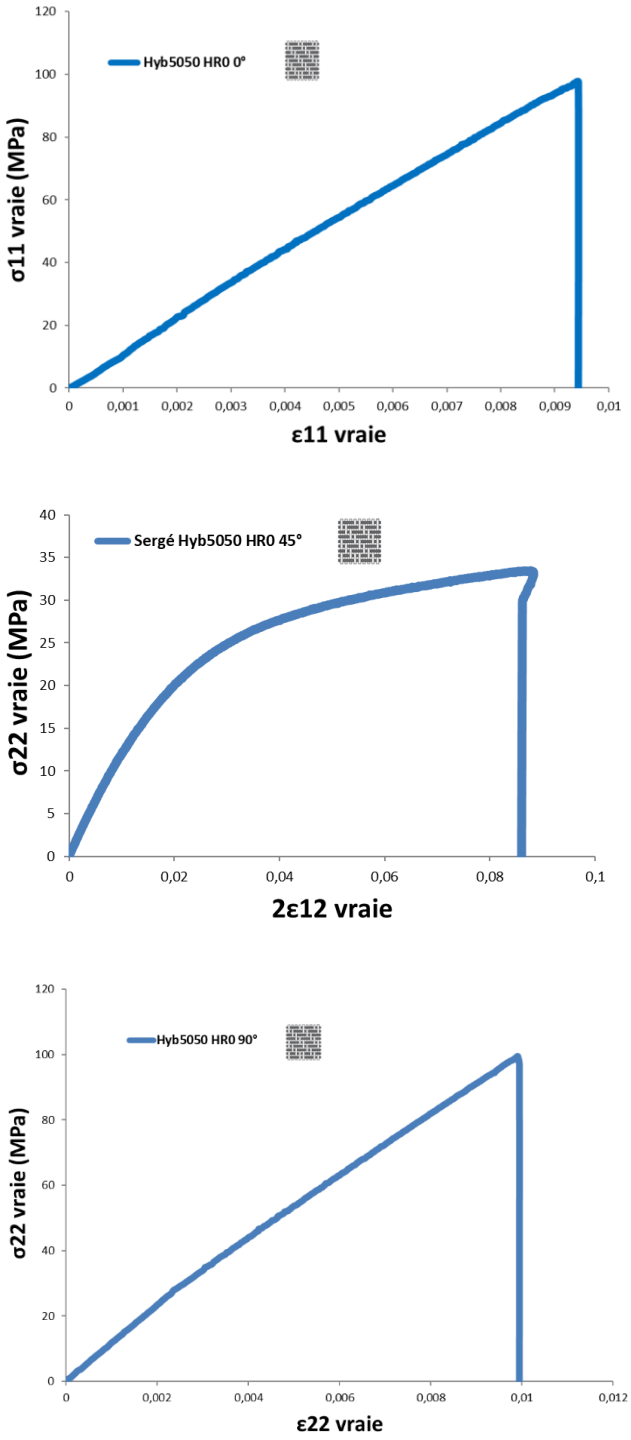


Figure 47 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour les composites hybride5050/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0 et pour T23°C

3.5 Comparaison des résultats expérimentaux

Pour mieux illustrer la réponse des différents matériaux composites et comparer leurs propriétés mécaniques, nous avons regroupé en Figure 48 les courbes représentatives des essais de traction des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 pour les trois directions (0°, 45° et 90°) à HR0 et pour T23°C.

Le composite basalte/PA11 est plus rigide que les composites hybride5050/PA11 et lin/PA11 pour la direction 0°, en raison des propriétés mécaniques relativement élevées de la fibre de basalte [39] par rapport à la fibre de lin [8]. De plus, le composite basalte/PA11 est unidirectionnel alors que les composites hyb5050/PA11 et lin/PA11 sont équilibrés. Nous pouvons également remarquer que la déformation du composite basalte est relativement plus élevé que celle des composites hybride5050/PA11 et lin/PA11 pour les directions (0° et 90°). Nous constatons que l'hybridation a amélioré les caractéristiques mécaniques du composite hybride5050/PA11 par rapport au composite lin/PA11 : la Figure 48 montre que le composite hybride a une résistance mécanique plus importante que le composite lin/PA11. Comme attendu, le module d'Young transversal du basalte/PA11 unidirectionnel est significativement plus faible que celui des composites hybrides/PA11 et lin/PA11 tissés (Figure 5). On note également que les modules d'Young longitudinal et transversal du composite hybride5050/PA11 et du composite lin/PA11 sont très similaires vu qu'ils ont été fabriqués à partir de tissus sergés équilibrés. Il est important de souligner qu'une comparaison plus cohérente des propriétés mécaniques des matériaux étudiés nécessiterait d'avoir le même taux de fibres pour les composites hybride5050/PA11, lin/PA11 et basalte/PA11. Les taux volumiques de fibres sont définis comme suit : lin/PA11 (Vf 42%), basalte/PA11 (Vf 27%) et hybride5050/PA11 (Vf 33%). Cette différence de taux de fibres est due au processus de poudrage du tissu lors de la fabrication des préimprégnés (50% en poids pour les fibres, 50% en poids pour la matrice).

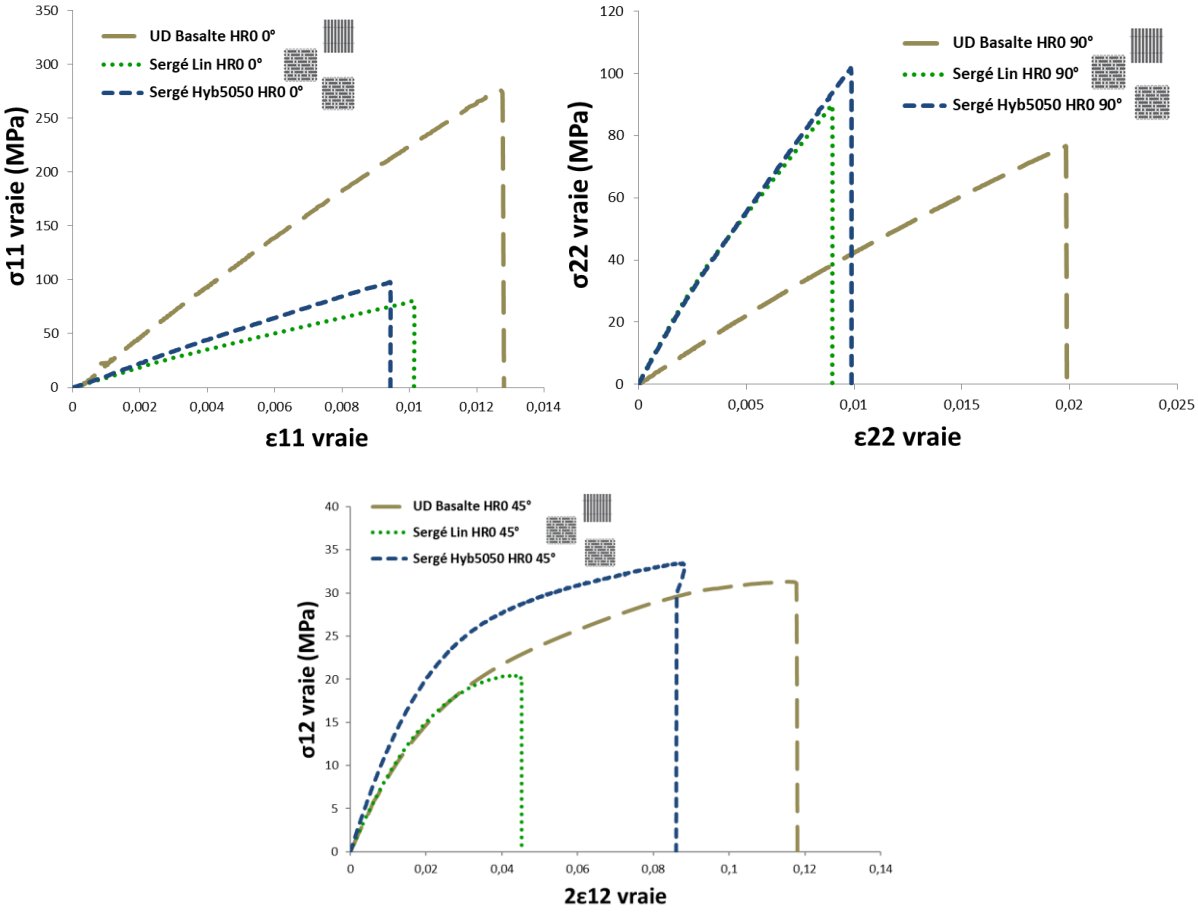


Figure 48 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0 et pour T23°C

3.6 Dispersion des résultats

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'étude de la dispersion des réponses des différents matériaux composites testés. En effet, nous cherchons à travers l'hybridation à réduire la dispersion des propriétés mécaniques de la fibre de lin qui est essentiellement liée à la nature végétale. Ces caractéristiques mécaniques dépendent de la nature des fibres, des conditions de croissance (température et humidité) et du traitement effectué pour les transformer [8],[9]. Le comportement du composite lin/PA11 présente une dispersion au niveau des résultats expérimentaux. La Figure 49 présente les résultats d'essais de traction pour cinq éprouvettes du composite lin/PA11 qui soulignent la dispersion de la réponse des fibres de lin.

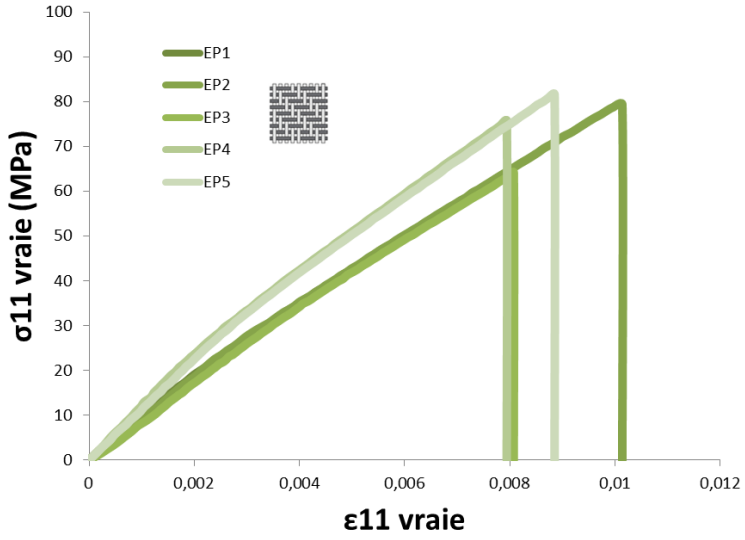


Figure 49 Essais de σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour le composite lin/PA11 pour 0° à HR0 et pour T23°C

Afin de mettre en évidence le niveau de dispersion des matériaux composites étudiés, nous avons calculé le coefficient de variation (CV) :

$$CV = \frac{Ecart\ type}{Moyenne} \text{ x } 100 \qquad (11)$$

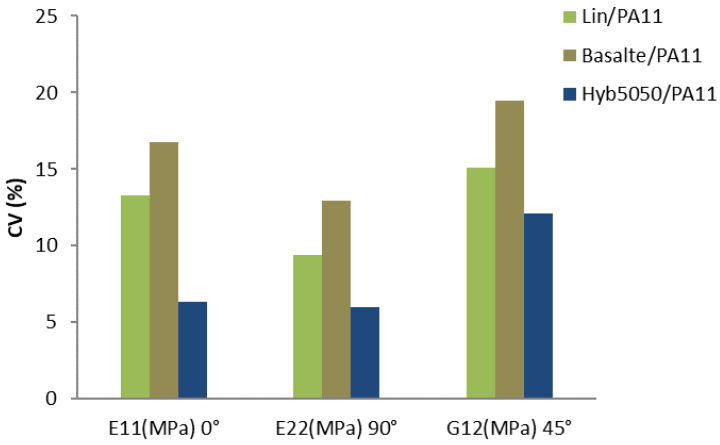


Figure 50 Coefficient de variation (CV) des propriétés mécaniques des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 pour les directions 0°, 45° et 90° à HR0 et pour T23°C

L'hybridation de fibres de lin avec des fibres de basalte a réduit la dispersion des propriétés mécaniques du composite lin/PA11. Le composite hybride5050/PA11 présente une dispersion plus faible des modules longitudinale, transversal et de cisaillement par rapport aux composites basalte/PA11 et lin/PA11 pour les différentes directions (0°, 45° et 90°) Figure 50. Bien que le basalte, en raison de sa composition chimique et de son processus de fabrication ait une bonne stabilité mécanique comme la fibre de verre, nous remarquons une dispersion considérable pour ses différentes propriétés mécaniques (E_{11}, E_{22} et G_{12}). Ceci est lié à des défauts de fabrication ; en

effet nous avons constaté la présence de déviation dans l'orientation des fibres pour le composite UD basalte/PA11 (angle de déviation10°). Une différence des propriétés mécaniques de certains échantillons reflète cette variation.

L'hybridation des fibres de lin et de basalte a créé une synergie liée à la nature du tissu et aux différentielles des propriétés mécaniques de la fibre de lin et la fibre de basalte. Cette hybridation a permis de réduire la dispersion des propriétés mécaniques du composite hybride5050/PA11. En conclusion, la dispersion dépend de la nature des fibres, du type de tissu (UD ou sergé) et de l'orientation du composite.

3.7 Conclusion

Les résultats expérimentaux des essais de traction pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 à l'état sec HR0 et pour la température ambiante T23°C montrent l'intérêt de l'hybridation pour trois raisons. La première raison concerne une légère amélioration des propriétés mécaniques du composite lin/PA11 (E_{11} : 10220MPa pour hyb5050/PA11 et E_{11}: 10100 MPa pour le lin/PA11). La deuxième raison porte sur la réduction de la dispersion des caractéristiques mécaniques du composite hybride5050/PA11 pour les trois directions 0°, 45° et 90°. Pour la direction 0° la dispersion du module longitudinal du composite lin/PA11 est deux fois plus importante que celle du composite hybride5050/PA11 (13% pour le lin et 6% pour l'hyb5050), pour la direction 90° la dispersion du module transversal du composite lin/PA11 est de 9% comparé au 6% du hybride5050/PA11 et enfin pour la direction 45°la dispersion pour le module de cisaillement du composite lin%PA11 (15%) est 20% supérieure à celle du hybride5050/PA11 (12%). Enfin, la troisième raison représente la réduction de la densité du composite hybride5050/PA11 (1.36 g/cm^3) comparé à la densité du composite basalte/PA11 (1.48 g/cm^3).

4 Caractérisation expérimentale pour HR50 et HR85

Dans cette partie nous nous intéressons à étudier l'impact de l'hygrométrie sur l'évolution du comportement mécanique de la matrice thermoplastique PA11 et des différents matériaux composites : lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11. En effet, la fibre de lin ainsi que la matrice PA11 présentent une sensibilité à l'humidité.

4.1 Caractérisation de la matrice PA11

Les caractéristiques mécaniques du PA11 sont présentées dans le Tableau 21, elles correspondent aux résultats des essais de traction pour les trois niveaux d'humidité relative HR0, HR50 et HR85 à température ambiante T23°C. Nous remarquons que le niveau d'hygrométrie a une répercussion sur le comportement mécanique du PA11 : d'une part le module d'Young subit une régression pour un niveau d'humidité plus important (E : 995 MPa pour HR85 et 1200 MPa pour HR0), d'autre part nous

constatons une évolution du comportement mécanique de la matrice PA11 pour HR85 (Figure 51).

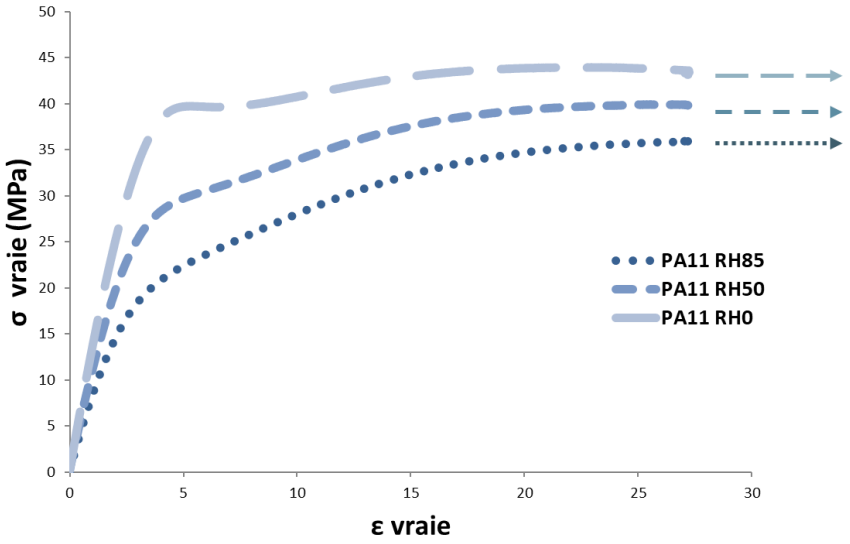


Figure 51 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) pour la matrice PA11 pour HR0, HR50 et HR85 à T23°C

PA11	RH0	RH50	RH85
Module d'Young (MPa)	1200±30	1142±22	995±15

Tableau 21 Module d'Young PA11 pour HR0/HR50 et HR85

Le comportement mécanique du polyamide PA11 dépend étroitement de la température de transition vitreuse T_g. En effet, le PA11 passe d'un état vitreux pour des températures inférieures à la T_g à un état caoutchoutique pour des températures supérieures à la T_g. Les valeurs de la T_g en fonction de l'humidité sont présentées au Tableau 22 et ont été fournies par le fournisseur ARKEMA : Les essais ont été réalisés à la température ambiante (T23°C), une température en dessous de la T_g. L'évolution du comportement mécanique peut s'expliquer par l'augmentation de la mobilité des chaines macromoléculaires du PA11. Cette augmentation de mobilité est liée à la variation du volume libre ou à la rupture des liaisons hydrogène. Elle se traduit par une plastification du comportement mécanique du PA11 et une réduction de son module d'élasticité [155].

.	HR0	HR50	HR85
Tg (°C) du PA11	60	54	31 (HR100)

Tableau 22 Evolution de la Tg en fonction de l'hygrométrie.

4.2 Caractérisation du composite lin /PA11

Les caractéristiques mécaniques du composite lin/PA11 sont illustrées dans le Tableau 23. Elles représentent les résultats des essais de traction pour les trois

niveaux d'humidité relative HR0, HR50 et HR85 à la température ambiante T23°C. Les fibres de lin sont sensibles à l'humidité, cela se traduit par une diminution considérable du module longitudinal, transversal et le module de cisaillement : pour la direction 0°, E_{11} passe de 10100 MPa (HR0) à 5001 MPa (HR85), soit 50% de réduction. Pareil pour la direction 90°, nous constatons une réduction de 50%, E_{22} passe de 12807 MPa (HR0) à 6434 MPa (HR85). Enfin pour la direction 45°, G_{12} passe de 949 MPa (HR0) à 566 MPa (HR85), soit 41% de réduction.

	Lin sergé 2X2					
HR0	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
	10100±1340	0.04±0.02	949±143		12807±1200	0.05±0.153
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
	70±11	0.009±0.01	22±5	0.04±0.02	93±7	0,008±0.002
HR50	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
	7918±1295	0.04±0.03	650±284		9950±1000	0.05±0.02
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
	77±7	0.012±0.001	20±7	0.15±0.05	91±7	0.012±0.001
HR85	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
	5001±479	0.06±0.03	566±231		6434±1061	0.08±0.06
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
	75±6	0.014±02	22±4	0.25±0.05	80±8	0.015±0.002

Tableau 23 Caractéristiques mécaniques du composite lin/PA11 HR0, HR50 et HR85 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

Les résultats présentés sur la Figure 52 correspondent aux courbes représentatives des comportements en traction à température ambiante pour les différents niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85

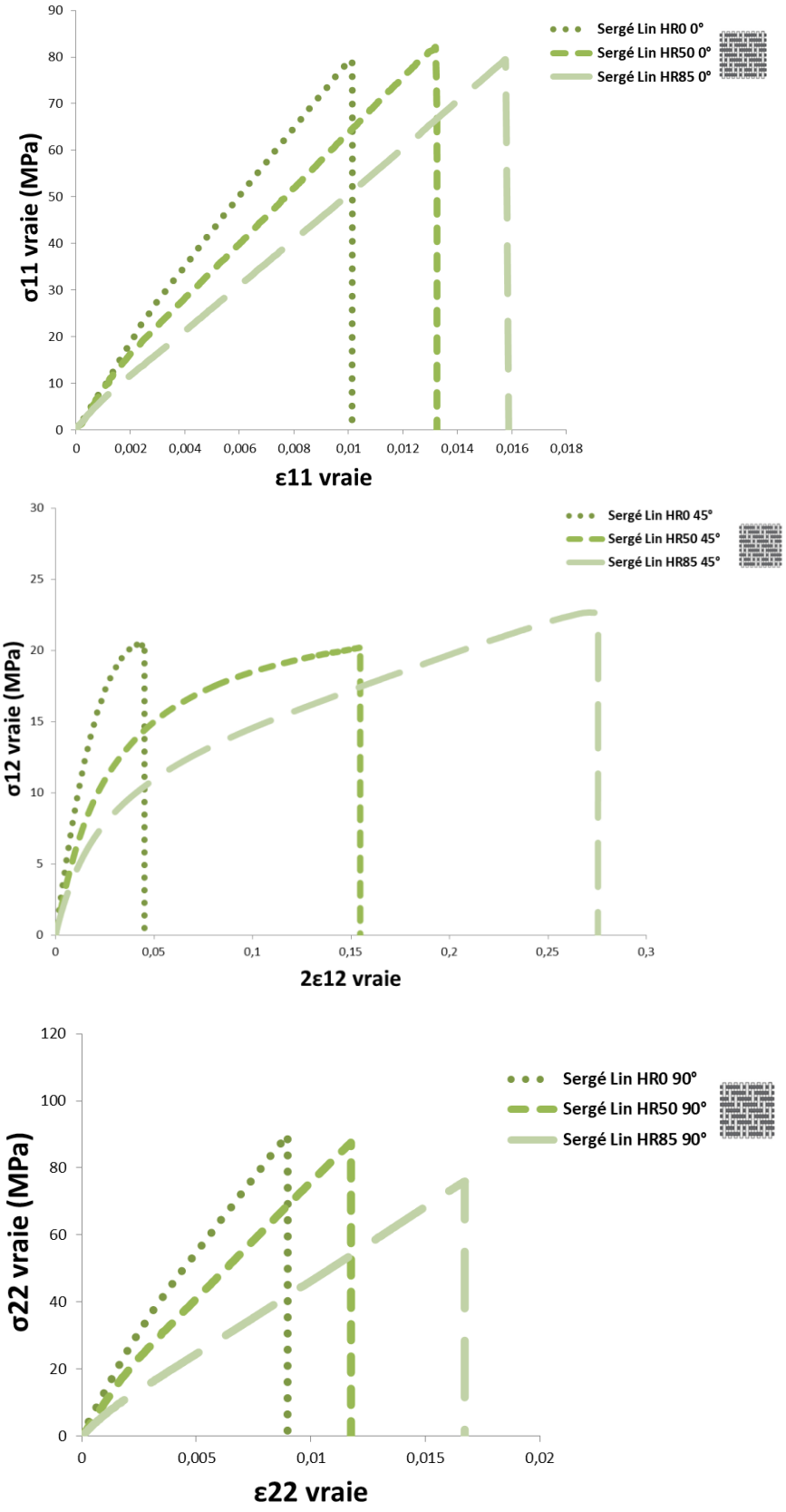


Figure 52 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour le composites lin/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0, HR50 et HR85 à T23°C

Les fibres végétales se caractérisent par une morphologie complexe semblable à un matériau composite [20]. La Figure 53 montre la structure d'une fibre végétale. L'évolution des propriétés de la fibre de lin est liée à sa structure microscopique. En effet, une fibre végétale est un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées de manière hélicoïdale à l'angle du micro-fibrilles. Les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par leur composition chimique et physique, leur structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section transversale et le degré de polymérisation [19], [20],[37]. Plus l'angle micro fibrillaire est faible, plus la rigidité et la résistance de la fibre sont élevées ; plus l'angle micro fibrillaire est élevé, plus l'allongement à la rupture est important. L'angle micro fibrillaire augmente avec l'humidité, ce qui peut expliquer l'évolution de la rigidité du composite lin/PA11. Cette évolution est liée aussi à l'aspect hydrophile de l'hémicellulose autre composant principale de la fibre de lin. La rigidité de l'hémicellulose dépend fortement de l'humidité [151]. Une autre hypothèse primordiale concerne l'évolution des interfaces fibre/fibre et des interfaces fibre/matrice en fonction de l'hygrométrie. En effet, la présence de l'humidité dans ces interfaces peut réduire la cohésion des fibres et de la matrice [152].

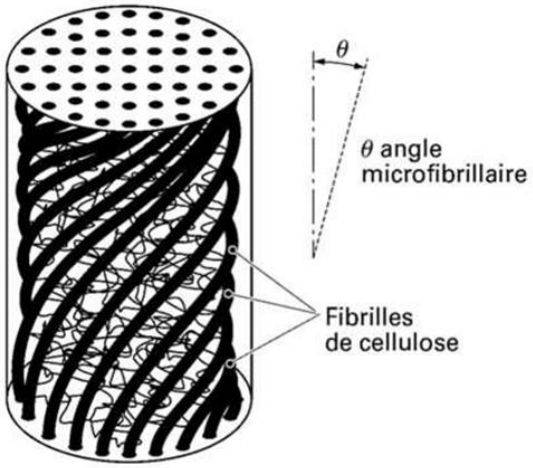


Figure 53 Structure d'une fibre végétale [19]

Les courbes présentées en Figure 52 illustrent ce changement de comportement mécanique du composite Lin/PA11 pour différents niveaux d'hygrométrie HR0, HR50 et HR85.Il est traduit par une variation de la pente, contrainte à la rupture et la déformation à la rupture.

4.3 Caractérisation du composite basalte/PA11

Les résultats des essais de traction du composite Basalte/PA11 et pour les trois niveaux d'hygrométrie HR0, HR50 et HR85 à la température ambiante T 23°C sont présentés dans le Tableau 24 et sur la Figure 54. Ils révèlent une dégradation des propriétés mécaniques du basalte en fonction du niveau d'humidité : le module longitudinal E_{11} passe de 23300 MPa (HR0) à 17893 MPa (HR50), le module

transversal E_{22} passe de 4220 MPa (HR0) à 3620 MPa (HR50) et le module de cisaillement passe de 801 MPa (HR0) à 632 MPa (HR85). Cette réduction des propriétés mécanique du composite basalte/PA11 est dû essentiellement à la sensibilité de la matrice PA11 à l'humidité. Il faut noter que le taux de fibre du composite basalte/PA11 est faible ($V_f = 27\%$). De plus nous observons une amélioration des propriétés mécaniques du composite basalte/PA11 entre HR50 et HR85, soit 8 % pour E_{11}, 13 % pour E_{22} et 5 % pour G_{12}. Cette évolution est liée étroitement à l'évolution des interfaces fibre/fibre et fibre/matrice qui dépendent de l'humidité.

	Basalte UD					
HR0	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}\ (-)$	$\boldsymbol{G_{12}\ (MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}\ (-)$
	23300 ±3900	0.18±0.02	801±156		4220±545	0.032±0.07
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R\ (-)}$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R\ (-)}$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R\ (-)}$
	305±37	0.01±0.005	30±5	0.12±0.02	71±8	0,019±0.01
HR50	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}\ (-)$	$\boldsymbol{G_{12}\ (MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}\ (-)$
	17893±3400	0.1±0.06	632±310		3620±444	0.02±0.04
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R\ (-)}$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R\ (-)}$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R\ (-)}$
	220±20	0.012±0.002	27±5	0.22±0.08	60±5	0.02±0.001
HR85	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}\ (-)$	$\boldsymbol{G_{12}\ (MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}\ (-)$
	19570±1481	0.2±0.1	664±91		4192±397	0.042±0.02
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R\ (-)}$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R\ (-)}$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R\ (MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R\ (-)}$
	227±25	0.012±0.001	25±4	0.24±0.02	69±10	0.02±0.001

Tableau 24 Caractéristiques mécaniques du composite basalte/PA11 HR0, HR50 et HR85 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

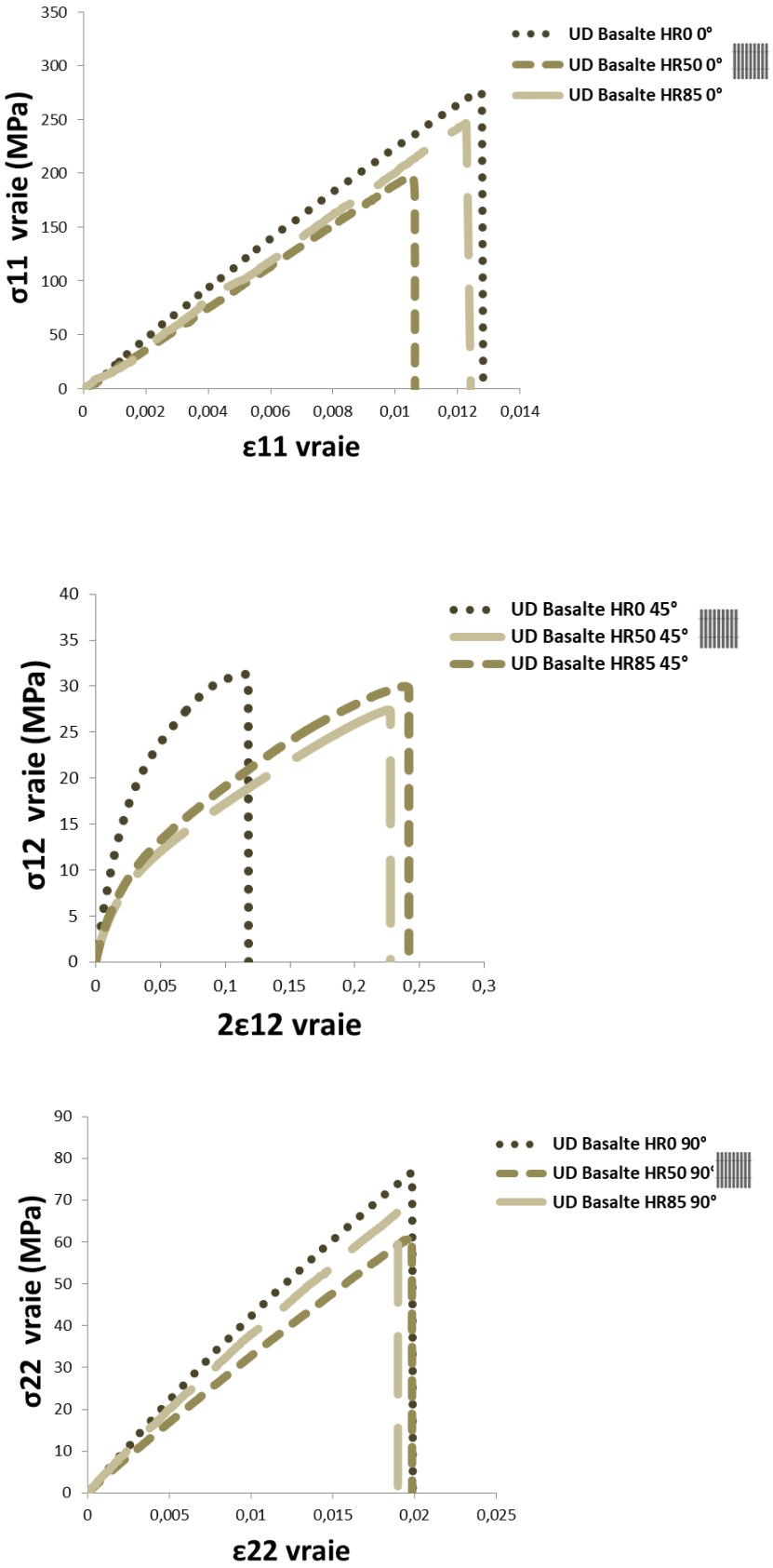


Figure 54 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour le composites basalte/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0, HR50 et HR85 à T23°C

4.4 Caractérisation du composite hybride5050/PA11

Dans cette partie nous nous sommes intéressés à l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques du composite hybride5050/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85 à la température T23°C. Nous souhaitons vérifier l'intérêt de l'hybridation pour la limitation de la dégradation des propriétés mécaniques du composite lin/PA11. Les résultats des essais de traction pour le composite hybride5050/PA11 (valeurs moyennes pour les cinq essais de traction) sont présentés dans le Tableau 25 et sur la Figure 55 (les courbes sélectionnées pour les différents essais de traction sont les courbes qui correspondent aux éprouvettes qui ont l'écart type le plus faible par rapport à la moyenne). Nous constatons une diminution de la rigidité du composite hybride5050/PA11 lorsque le niveau d'humidité augmente : le module longitudinal E_{11} passe de 10220 MPa (HR0) à 7462 MPa (HR85), le module transversal E_{22} passe de 11400 MPa (HR0) à 7428 MPa (HR85) et le module de cisaillement passe de 1240 MPa (HR0) à 623 MPa (HR85). Nous constatons que la réduction des propriétés mécaniques du composite hybride5050/PA11 est plus faible que celle du composite lin/PA11 ; pour HR85 le module longitudinal du hybride5050/PA11 est de 7462 MPa alors que le module longitudinal du composite lin/PA11 est 5001 MPa, soit un écart de 32 %. L'intégration des fibres de basalte a permis de réduire considérablement l'effet de l'humidité sur le comportement mécanique du composite hybride5050/PA11. Enfin, nous remarquons que le composite hybride5050/PA11 garde des propriétés similaires dans le sens longitudinal et transversal pour les trois niveaux d'humidité.

	hybride5050/PA11					
HR0	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$E_{11}(MPa)$	$\nu_{12}\,(-)$	$G_{12}\,(MPa)$		$E_{22}(MPa)$	$\nu_{21}\,(-)$
	10220 ±650	0.05±0.05	1240±150		11400±680	0.05±0.2
	$\sigma_{11}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{11}^{R}\,(-)$	$\sigma_{12}^{R}\,(MPa)$	$\gamma_{12}^{R}\,(-)$	$\sigma_{22}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{22}^{R}\,(-)$
	94±7	0.01±0.002	33±3	0.08±0.02	101±3	0,01±0.002
HR50	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$E_{11}(MPa)$	$\nu_{12}\,(-)$	$G_{12}\,(MPa)$		$E_{22}(MPa)$	$\nu_{21}\,(-)$
	9440±390	0.09±0.03	828±90		8886±401	0.08±0.03
	$\sigma_{11}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{11}^{R}\,(-)$	$\sigma_{12}^{R}\,(MPa)$	$\gamma_{12}^{R}\,(-)$	$\sigma_{22}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{22}^{R}\,(-)$
	117±10	0.013±0.001	30±5	0.25±0.04	110±5	0.013±0.001
HR85	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$E_{11}(MPa)$	$\nu_{12}\,(-)$	$G_{12}\,(MPa)$		$E_{22}(MPa)$	$\nu_{21}\,(-)$
	7462±360	0.1±0.009	623±62		7428±175	0.09±0.004
	$\sigma_{11}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{11}^{R}\,(-)$	$\sigma_{12}^{R}\,(MPa)$	$\gamma_{12}^{R}\,(-)$	$\sigma_{22}^{R}\,(MPa)$	$\varepsilon_{22}^{R}\,(-)$
	110±35	0.014±0.001	25±5	0.2±0.02	113±5	0.014±0.002

Tableau 25 Caractéristiques mécaniques du composite hybride5050/PA11 HR0, HR50 et HR85 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

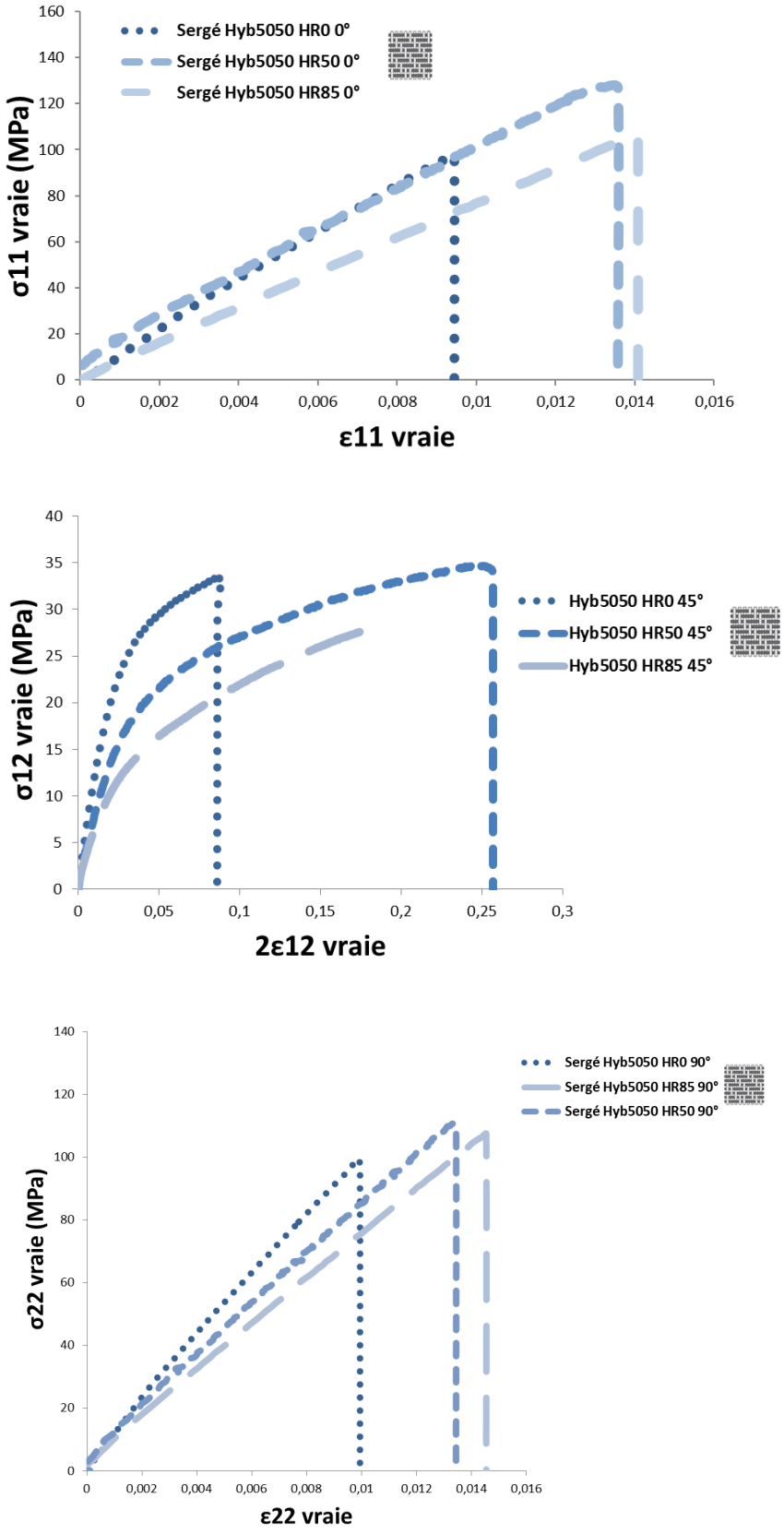
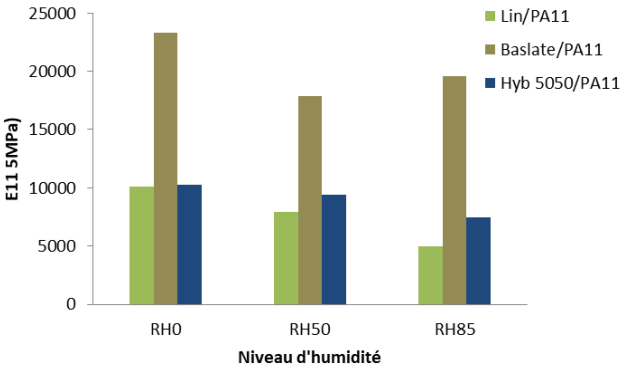


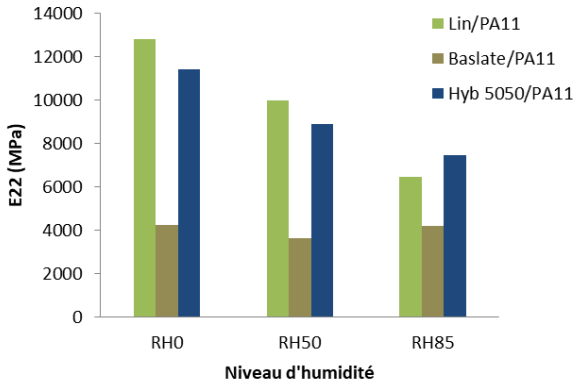
Figure 55 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour le composite hybride5050/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0, HR50 et HR85 à T23°C

4.5 Comparaison des résultats expérimentaux

Les diagrammes de la Figure 56 présentent une comparaison des propriétés mécaniques des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85.

Nous constatons que le composite hyb5050/PA11 à HR85 présente une rigidité supérieure comparée au composite lin/PA11 pour toutes les directions (0°, 45° et 90°), de même pour la direction longitudinale. Le composite hybride5050/PA11 a un module longitudinal E_{11} supérieur à celui du composite lin/PA11 pour tous les niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85. L'hybridation a permis d'améliorer la résistance à l'humidité du composite hybride5050/PA11. Nous remarquons aussi que les propriétés du composite basalte/PA11 s'améliorent légèrement pour le niveau d'humidité HR85 comparé à HR50 ceci peut être expliqué par la modification de l'interface fibre/matrice pour le composite Basalte/PA11.





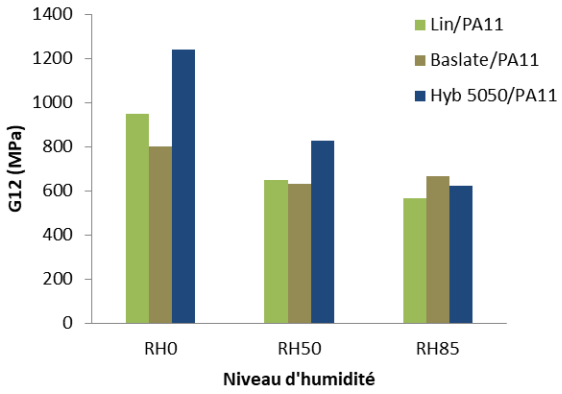


Figure 56 Diagrammes comparatifs des propriétés mécaniques des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hyb5050/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85 à T23°C

4.6 Dispersion des résultats

Nous avons constaté dans la première partie que l'hybridation permet de réduire considérablement la dispersion des propriétés mécaniques des matériaux composite. Dans cette partie nous étudions l'impact de l'humidité sur l'évolution de la dispersion des propriétés mécaniques des composites étudiés.

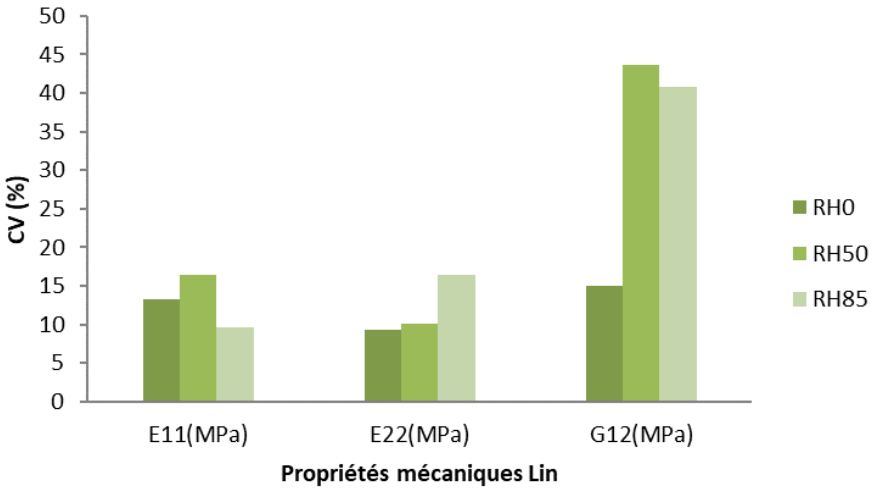


Figure 57 Coefficient de variation (CV) des propriétés mécaniques du composite lin/PA11 pour les directions 0°, 45° et 90° pour HR0 et pour T23°C

La Figure 57 présente l'évolution de la dispersion des propriétés mécaniques du composite lin/PA11 pour les trois niveaux d'hygrométrie. Nous remarquons que la dispersion est minimale à HR85 pour E_{11} . La dispersion est maximale à HR50 pour E_{11} et G_{12}.

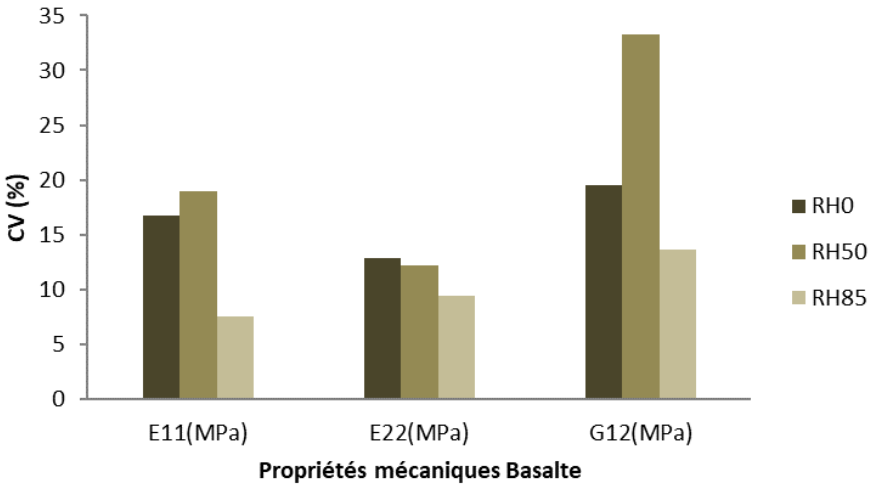


Figure 58 Coefficient de variation (CV) des propriétés mécaniques du composite basalte/PA11 pour les directions 0°, 45° et 90° pour HR0 et pour T23°C

La Figure 58 présente l'évolution de la dispersion des propriétés mécaniques du composite basalte/PA11 pour les trois niveaux d'hygrométrie HR0, HR50 et HR85. Nous constatons que la dispersion est au minimum à HR85 pour les trois modules : longitudinal (7.5% pour HR85 contre 19% pour HR50 et 17% pour HR0), transversal (9.5% pour HR85 contre 12% pour HR50 et 13% pour HR0) et de cisaillement (13% pour HR85 contre 33% pour HR50 et 20% pour HR0). Nous remarquons aussi que la dispersion est faible pour HR85 (propriétés transversales et propriétés de cisaillement). Une des hypothèses permettant d'expliquer cette évolution est la réduction des contraintes résiduelles de fabrication par les contraintes internes d'origine hygrothermique. En effet, les procédés de mise en forme des composites thermoplastiques développent impérativement des contraintes résiduelles. Elles sont liées essentiellement à la différence de coefficient de dilatation thermique entre les fibres et la matrice et au retrait de cristallisation de la matrice [153],[154]. Cependant les contraintes internes d'origine hygrothermique sont dues au phénomène de gonflement des fibres lors du processus de diffusion d'eau à travers la matrice. Elle se traduit par une augmentation de volume appelée dilatation hygroscopique [155]. L'humidité permettrait de réduire les contraintes résiduelles présentes au sein du matériau composite d'où l'évolution de la dispersion de ses propriétés mécaniques.

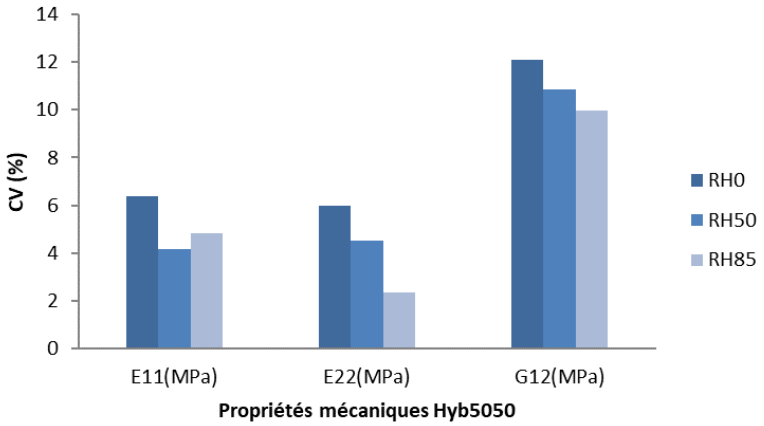


Figure 59 Coefficient de variation (CV) des propriétés mécaniques du composite hybride5050/PA11 pour les directions 0°, 45° et 90° pour HR0 et pour T23°C

La Figure 59 présente l'évolution de la dispersion des propriétés mécaniques du composite lin/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85. Comme les autres matériaux composites lin/PA11et basalte/PA11. Nous constatons aussi que la dispersion est considérablement réduite, comparée aux composite lin/PA11 et basalte/PA11. Nous citons l'exemple du module longitudinal E_{11} à HR85 ; la dispersion est de 4.8% pour hybride5050/PA11, de 7.56% pour le basalte/PA11 et de 9.5% pour le composite lin/PA11.

4.7 Conclusion

Les résultats expérimentaux des essais de traction pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85 à température ambiante T23°C montrent plusieurs éléments. D'abord, l'évolution des propriétés mécaniques des composites en fonction de l'humidité. Elle se traduit par une réduction des propriétés mécaniques des trois matériaux liés à la sensibilité de la fibre de lin et de la matrice PA11 à l'humidité. Ensuite, l'intérêt de l'hybridation pour réduire l'impact de l'hygrométrie avec une faible réduction des propriétés mécanique du composite hybride5050/PA11. Enfin, nous avons considéré comme hypothèse que l'humidité permettrait de diminuer la dispersion des propriétés mécaniques des différents composites en réduisant les contraintes résiduelles présentes au sein des composites.

5 Comparaison Hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11

Afin de mieux comprendre l'impact de la distribution des fibres lin et basalte au sein du composite hybride, nous avons développé deux types de composite hybride avec des taux différents de fibre de lin et de fibre de basalte : hybride5050/PA11 (50% Lin, 50% Basalte) et hybride3070/PA11 (70% Lin, 30% Basalte). Pour cette étude nous avons réalisé des essais de caractérisation pour le composite hybride3070 pour trois

directions 0°, 45° et 90° et pour la température ambiante T23°C. Ensuite nous avons effectué une comparaison entre les composites hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11.

5.1 Caractérisation du composite hybride3070/PA11

Le matériau composite hybride30700/PA11 est formé par quatre couches (d'épaisseur 0.5 mm) d'un composite sergé 2x2 équilibré à fibres de lin, fibre de basalte et de matrice polyamide 11. La fraction volumique de fibre (V_f) est égale à 36%. Les plaques composites fabriquées par notre partenaire KAIROS sont caractérisées par une densité de 1.30 g/cm^3 et une épaisseur de 2 mm. Les caractéristiques mécaniques du composite hybride3070/PA11 HR0 à 23°C sont présentées au Tableau 26.

	hybride3070/PA11 sergé 2x2					
HR0	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
	11070±750	0.09±0.03	822±156		10013±938	0.08±0.03
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
	80±10	0.006±0.0004	20±5	0.04±0.01	94±10	0,008±0.002
HR50	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
	9844±820	0.056±0.02	768±35		8367±77	0.04±0.001
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
	112±10	0.014±0.001	25±5	0.08±0.03	115±10	0.012±0.001
HR85	**Orientation 0°**		**Orientation 45°**		**Orientation 90°**	
	$\boldsymbol{E_{11}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{12}}$ $(-)$	$\boldsymbol{G_{12}}$ $\boldsymbol{(MPa)}$		$\boldsymbol{E_{22}(MPa)}$	$\boldsymbol{\nu_{21}}$ $(-)$
	7093±104	0.06±0.008	613±31		6571±98	0.05±0.007
	$\boldsymbol{\sigma_{11}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{11}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{12}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\gamma_{12}^R}$ $(-)$	$\boldsymbol{\sigma_{22}^R}$ $\boldsymbol{(MPa)}$	$\boldsymbol{\varepsilon_{22}^R}$ $(-)$
	103±5	0.014±0.001	20±5	0.12±0.01	115±6	0.016±0.002

Tableau 26 Caractéristiques mécaniques du composite hybride3070/PA11 HR0, HR50 et HR85 pour les orientations (0°/45°/90°) à 23°C

Nous remarquons que le comportement du composite hybride30700/PA11 dans la direction chaine et trame est un comportement élastique fragile pour HR0 à T23°C, Nous constatons aussi que le module longitudinal E_{11} et le module transversal E_{22} sont presque identiques ($E_{11} = 11070\ MPa, E_{22} = \ 10013\ MPa$ pour HR0) grâce à la nature du tissu sergé équilibré. De même pour les contraintes à rupture ($\sigma_{11}^R = 80\ MPa, \sigma_{22}^R = 94\ MPa$). Nous constatons qu'il existe une diminution de la rigidité du composite hybride3070/PA11 qui évolue en fonction du niveau d'humidité : le module longitudinal E_{11} passe de 11070 MPa (HR0) à 7093 MPa (HR85), le module transversal E_{22} passe de 10013 MPa (HR0) à 6571 MPa (HR85) et le module de cisaillement passe de 822 MPa (HR0) à 613 MPa (HR85). La présence de la fibre de

basalte permet de réduire la sensibilité du composite hybride3070/PA11 comparé au composite lin/PA11. Pour HR85, le module E_{11} du composite hybride3070/PA11 est de 7093 MPa contre 5001 MPa pour le composite lin/PA11. Nous remarquons que la contrainte à rupture dans le sens trame augmente considérablement avec l'humidité relative, ce qui est dû à la plastification de la matrice et l'évolution des interfaces fibre/matrice du composite hybride3070/PA11. Les résultats sont présentés dans la Figure 60.

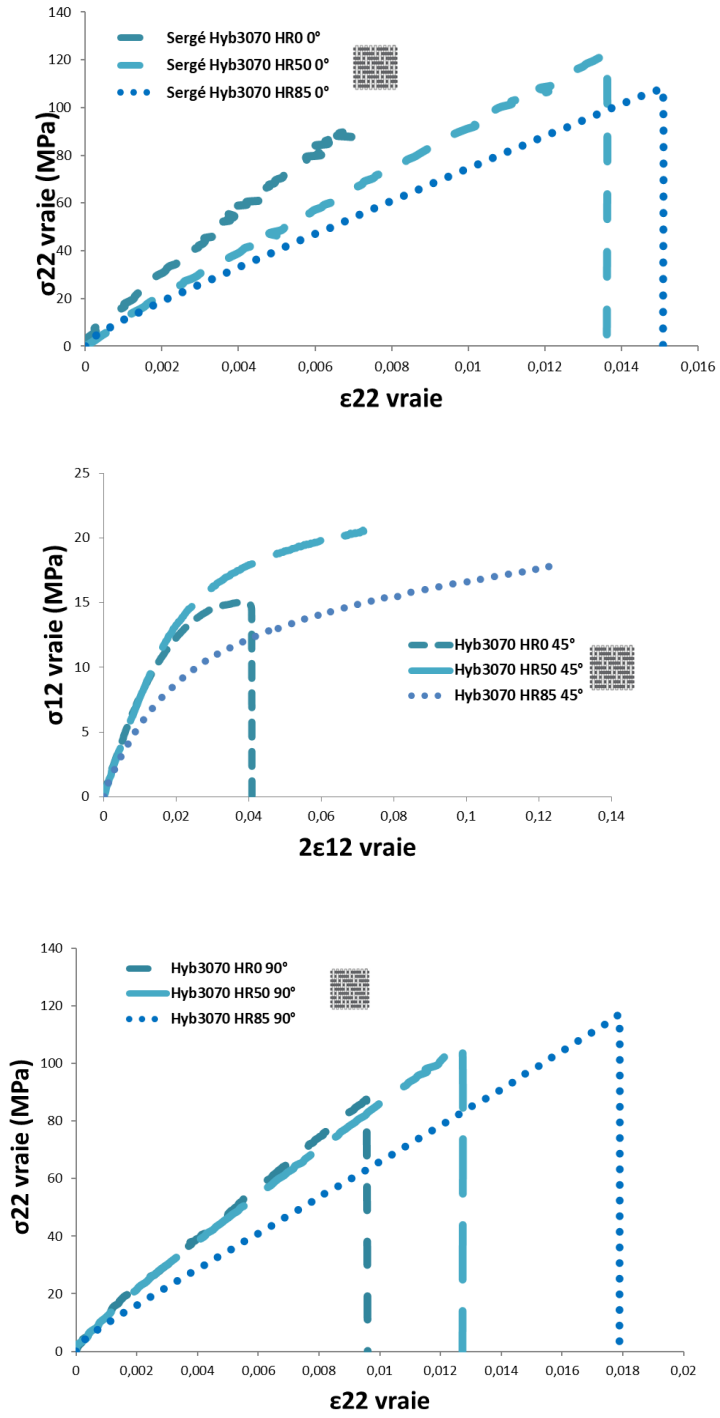
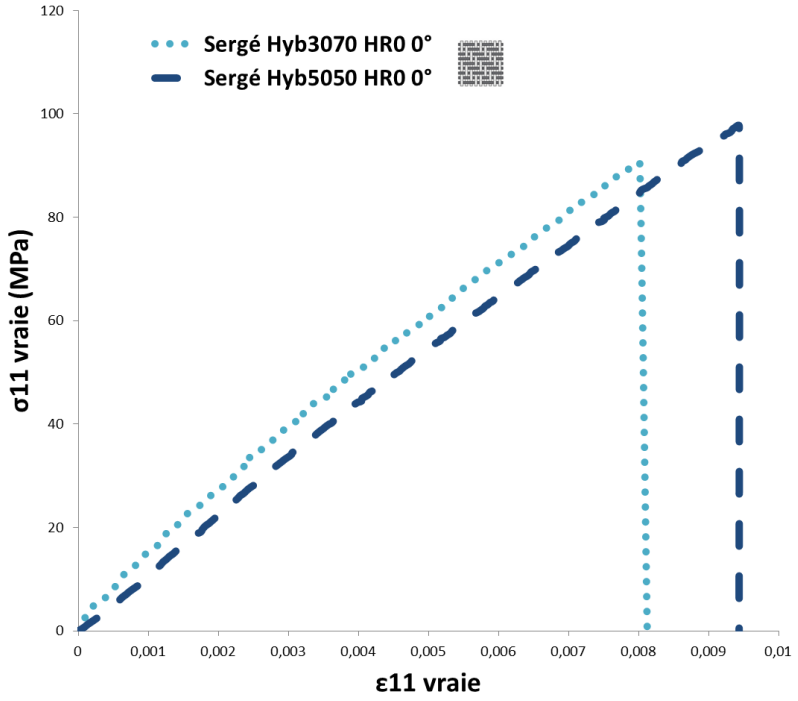
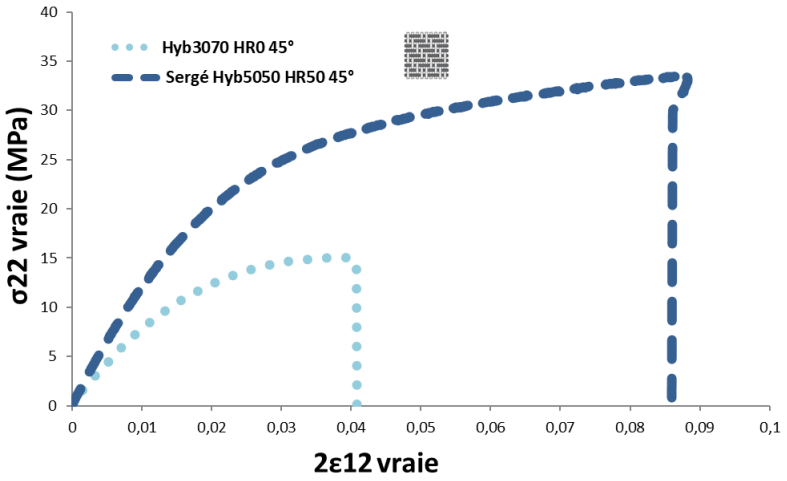


Figure 60 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour le composite hybride3070/PA11 pour 0°, 45° et 90° à HR0, HR50 et HR85 à T23°C

5.2 Comparaison des résultats expérimentaux

Pour mieux visualiser la différence entre les distributions des fibres de lin et de basalte pour les composites hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11, nous avons comparé les courbes représentatives des essais de traction pour les trois directions (0°, 45° et 90°), à HR0 et pour T23°C (Figure 61).





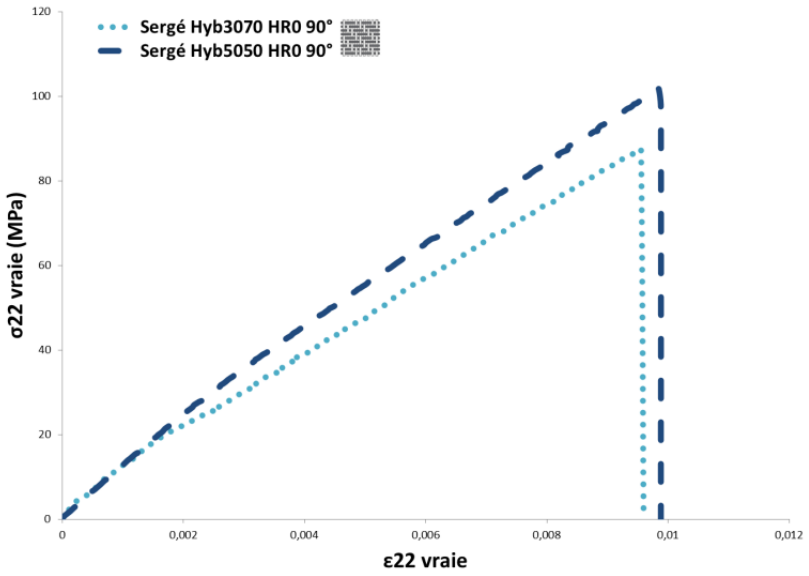


Figure 61 Essais de traction σ vraie= f (ε vraie) dans le système de coordonnées locales pour les composites hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11pour 0°, 45°et 90° à HR0 et pour T23°C

Nous constatons qu'il existe une similarité au niveau des propriétés mécaniques des composites hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 pour les directions longitudinale et transversale. La différence des taux de fibres entre les composites hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 a un faible impact sur le comportement mécanique du composite hybride. En effet, les essais ont été réalisés pour des composites avec des taux de fibres différents (33% pour hybride5050 et 36% pour hybride3070/PA11). Une extrapolation linéaire des propriétés mécanique du composite hybride5050/PA11 à HR0 pour un taux de fibre 36 % égal au taux de fibre du composite hybride3070/PA11 permet d'avoir les valeurs suivantes : $E_{11} = 11149\,MPa,\ E_{22} = 12436\,MPa\ G_{12} = 1352\,MPa$. Nous pouvons constater qu'il le module longitudinale E_{11} (11149 MPa) est presque égal à celui du composite hybride3070/PA11 (11070 MPa). Cependant nous remarquons une amélioration considérable pour le module transversale E_{22} (12436 MPa) soit 19% supérieur à celui de l'hybride3070/PA11. Ces résultats sont à prendre avec précaution vu que l'extrapolation linéaire ne prend pas en considération l'architecture du tissu, les interfaces fibre/fibre et les interfaces fibres/matrice.

5.3 Conclusion

Les résultats expérimentaux des essais de traction pour les composites hybride3070/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85 HR0 et pour la température ambiante T23°C montrent une évolution des propriétés mécaniques en fonction de l'humidité avec une réduction de rigidité pour les niveaux d'humidité important HR85. Nous constatons aussi que les caractéristiques mécaniques du composite hybride3070/PA11 et hybride5050/PA11 sont comparables. La différence de distribution des fibres basalte et lin au sein du composite hybride n'a pas un impact considérable sur son comportement mécanique

6 Etude microstructurale

L'étude microstructurale permet d'analyser les matériaux composites tout au long des différentes phases de leur mise en œuvre. Plusieurs méthodes expérimentales ont été utilisées : microscopies optique, tomographie aux rayons et microscopie électronique à balayage (MEB). Le choix de ses méthodes a été défini en fonction des finalités recherchées. Dans un premier temps nous avons utilisé le microscope optique pour s'assurer de la bonne imprégnation de la matrice PA11 avec les fibres de lin et de basalte. La tomographie aux rayons X a été employée pour déterminer les défauts de fabrication. La microscopie électronique à balayage nous a permis d'identifier et d'étudier les faciès de rupture des éprouvettes après les essais de caractérisation.

6.1 Microscopie optique

La microscopie optique a été employée dans le cadre de la validation du protocole de fabrication pour identifier la nature des défauts de fabrication internes de grande taille, qui sont essentiellement des porosités résiduelles comme celles illustrées en Figure 62. L'élimination de ces défauts a nécessité la mise en place d'une phase de pré-séchage et d'appliquer le cycle de thermocompression (Figure 27).

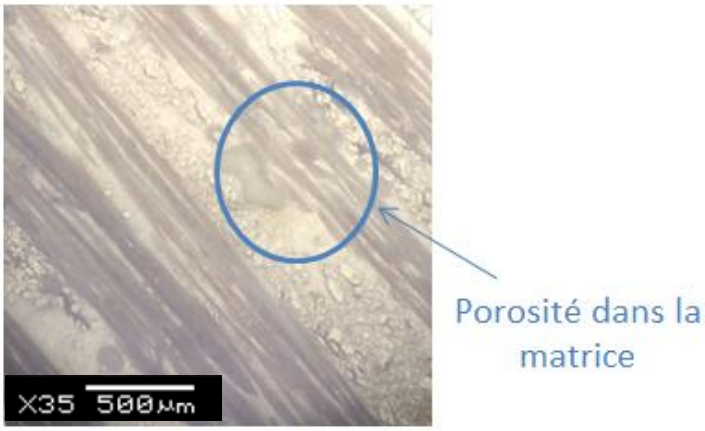
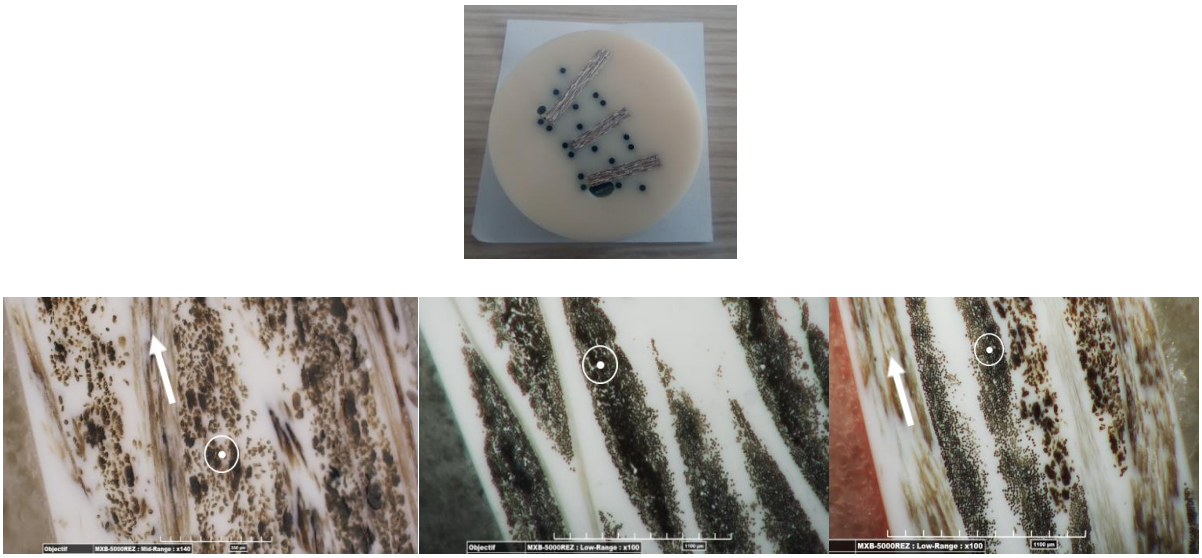


Figure 62 Vue microscopique de l'échantillon Lin/PA11

Il a été vérifié que les éprouvettes lin/PA11, Basalte/PA11 et Hybride/PA11 fabriquées avec ce protocole ont conduit à une bonne qualité d'imprégnation comme la montre c'la Figure 63.



lin/PA11 *basalte/PA11* *hybride5050/PA11*

Figure 63 Echantillons des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11

Nous pouvons également constater que les mèches de lin et de basalte ont une morphologie très différente. Elles sont de section lenticulaire pour les mèches de basalte, alors que les mèches de fibres de lin sont plus dispersées avec des zones clustérisées et des zones pauvres en fibres.

Ces observations microscopiques ont été utilisées pour la détermination de la taille des VER pour le travail d'homogénéisation via l'outil Image J.

6.2 Tomographie aux rayons X

L'imagerie 3D permet d'affiner l'analyse des porosités des composites Lin/PA11, Basalte/PA11, Hybride5050/PA11 et Hybride3070/PA11 afin de vérifier que le protocole de fabrication mis en place conduit à des composites exempts de porosités. La Figure 64 montre le dispositif expérimental utilisé. C'est un Microtomographe-X à objectifs multiples de type XRADIA permettant l'obtention d'images 3D d'échantillons de taille allant de 5mm à 100 mm et pour des résolutions allant de 1µm à 100µM.

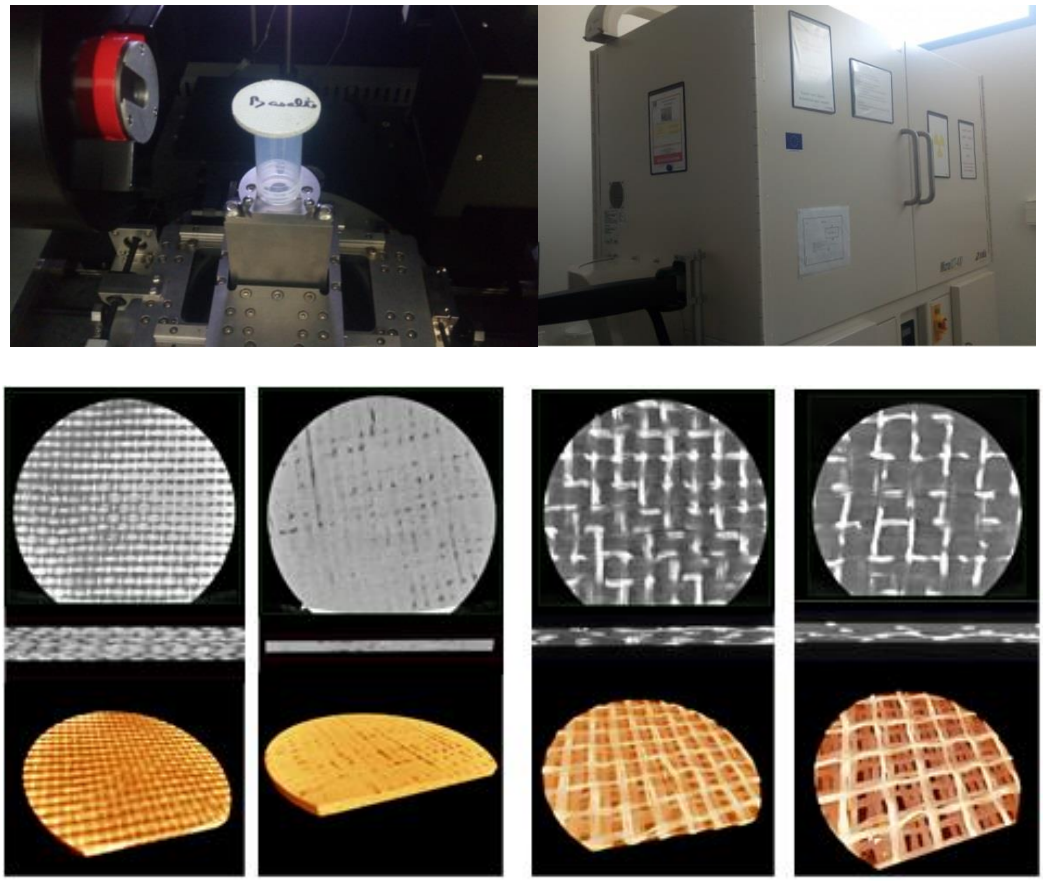


Figure 64 Images des composites étudiés au tomographe à rayon X

6.3 Etude Microscope à balayage électronique

À la suite des essais de caractérisation mécaniques des différents matériaux, les faciès de rupture ont été observés par microscope électronique à balayage à l'aide de l'équipement présenté en Figure 65. C'est un microscope à balayage électronique de marque JEOL capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant des interactions électrons-matière. Les dimensions utiles (x, y, z) sont 80X40X50 mm avec un grossissement qui varient entre 8 fois jusqu'à 300 000 fois.

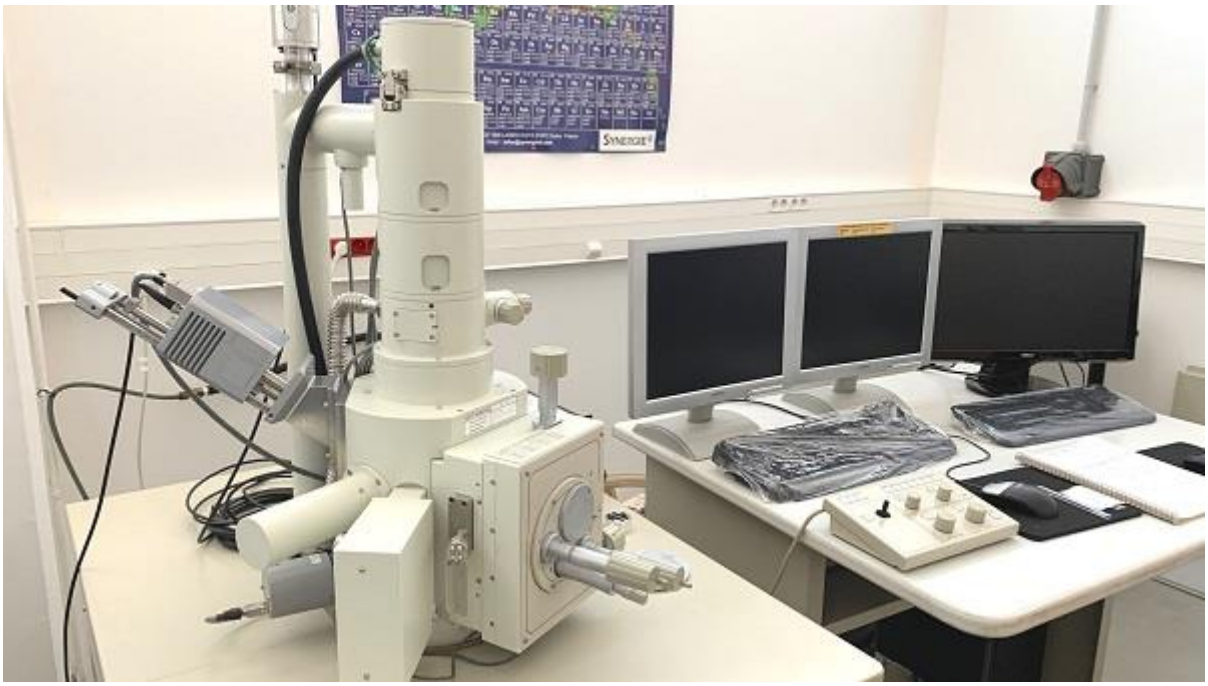
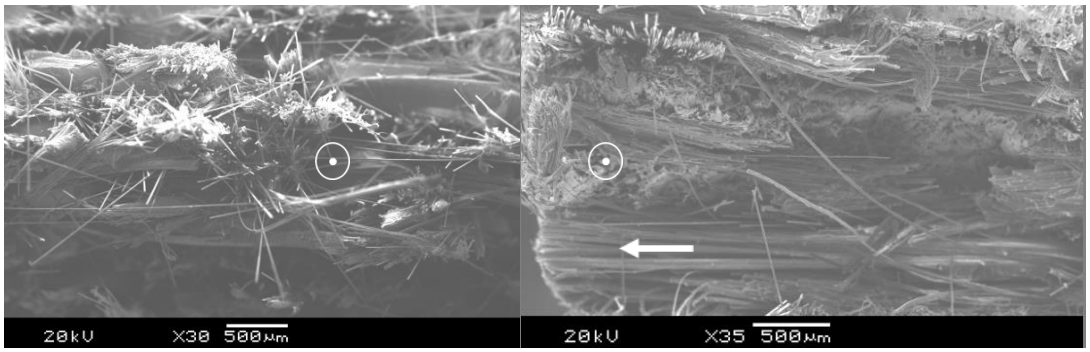
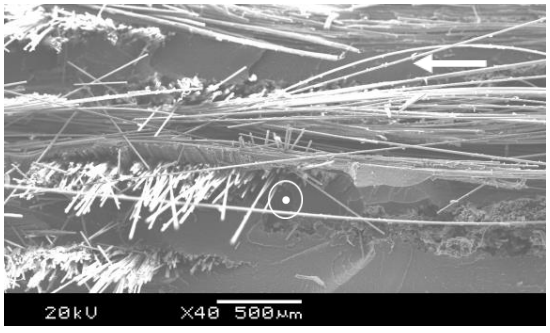


Figure 65 Microscope à Balayage Electronique

Quelques clichés issus de cette analyse sont présentés en Figure 66 pour des éprouvettes testées en traction quasi-statique à 0°



basalte/PA11 ***hybride5050/PA11***



lin/PA11

Figure 66 Vue MEB des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 après des essais de traction quasi statique 0°

Il existe différents mécanismes d'endommagement pour les matériaux composites qui dépendent de la nature des fibres, de la matrice et du tissu utilisé. Les différents modes d'endommagement sont : la rupture des fibres, la décohésion fibre/matrice et la fissuration de la matrice (Figure 67) [7].

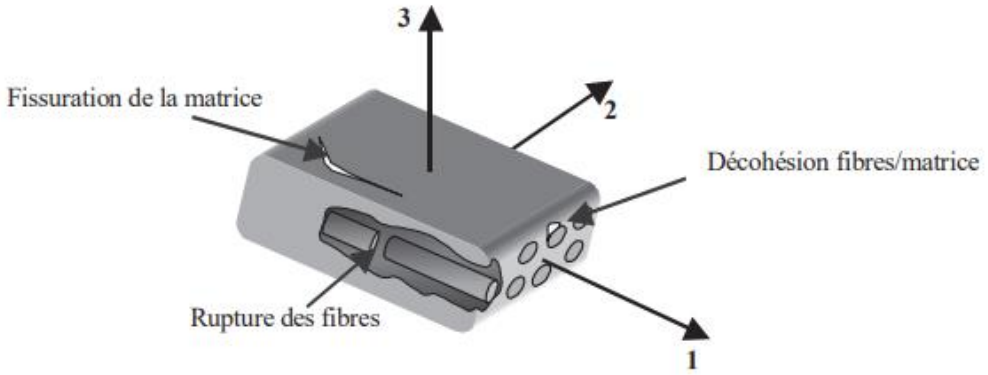


Figure 67 Mécanisme d'endommagement des composites stratifiés [105]

L'analyse des résultats du MEB montre que le mode d'endommagement pour le composite lin/PA11 est la rupture de fibre. Pour le composite basalte/PA11 nous avons deux modes d'endommagement, la rupture de fibre et le décohésion fibre/matrice. Ces modes d'endommagement ont été détectés pour les composites hybride5050/PA11 et les composites hybride3070/PA11. Nous constatons aussi la présence de résidu de matrice à la surface des fibres ce qui prouve la bonne adhésion entre les fibres et la matrice.

7 Conclusion

L'objectif principal de l'étude expérimentale est la détermination des propriétés mécaniques de la matrice thermoplastique PA11 et des matériaux composites lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 pour trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85 et pour une température ambiante de 23°C. Nous avons ensuite étudié l'impact de l'hygrométrie sur l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux étudiés ; nous avons constaté une diminution de la rigidité de tous les matériaux avec une variation plus prononcée pour le composite lin/PA11 vu que les fibres de lin et la matrice PA11 sont sensibles à l'humidité. La comparaison des propriétés mécaniques des différents matériaux a montré que l'hybridation a permis d'améliorer les propriétés mécaniques du composite hybride comparé au composite lin/PA11, et de réduire la sensibilité à l'humidité de ce dernier. Ensuite, nous nous sommes intéressés à l'étude de la dispersion des propriétés mécaniques des matériaux composites, nous avons constaté que la dispersion est relativement élevée pour le composite lin/PA11, elle est liée à la nature de la fibre de lin qui varient en fonction des conditions de culture. Concernant le composite basalte/PA11, nous

remarquons l'existence d'une dispersion due à des défauts de fabrication. La dispersion est minimale pour le composite hybride5050/PA11, ce résultat montre que l'hybridation permet également d'homogénéiser la réponse mécanique des bio-composites. Une étude complémentaire de l'impact de l'hygrométrie sur la dispersion des caractéristiques mécaniques des matériaux composites étudiés a mis en évidence l'intérêt de l'humidité pour réduire la dispersion de leur comportement mécanique, en effet, elle permettrait de réduire les contraintes résiduelles présentes dans les matériaux composites. Enfin, nous avons réalisé une comparaison de deux matériaux composites hybrides avec des distributions de fibre différentes, le composite hybride5050/PA11 (50%lin, 50% basalte) et le composite hybride3070/PA11 (70%lin, 30% basalte). Les résultats des essais de caractérisation ont montré une similarité des propriétés mécaniques pour les deux matériaux composites, ceci peut s'expliquer par la différence de taux de fibres V_f pour hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11.

Les observations microstructurales des matériaux seront ensuite exploitées pour définir les représentations numériques des matériaux pour prédire leurs propriétés mécaniques par d'homogénéisation numérique. La méthode d'homogénéisation numérique sera également utilisée pour étudier l'impact de l'échelle d'hybridation (échelle du stratifié, échelle du comêlé et échelle du co-tissé) sur le comportement mécanique du composite hybride.

Chapitre IV

Homogénéisation numérique en élasticité linéaire et non linéaire des bio-composites

Chapitre IV : Homogénéisation numérique en élasticité linéaire et non linéaire des bio-composites

1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la détermination des propriétés effectives des matériaux composites lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 pour trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85. A cet égard nous avons utilisé la méthode d'homogénéisation numérique implémentée au sein du logiciel Multiscale Designer développé par Altair. Dans un premier temps, nous présenterons la méthode d'homogénéisation en élasticité linéaire pour les composites étudiés, puis le choix de l'outil d'homogénéisation Multiscale Designer sera expliqué. Les paramètres utilisés pour la simulation numérique, à savoir le type et la taille du Volume Elémentaire Représentatif (VER) [120] et les propriétés mécaniques intrinsèques des fibres et de la matrice seront présentés et discutés. Les résultats de l'homogénéisation numérique sont par la suite comparés avec les résultats expérimentaux. Nous allons mettre en évidence l'intérêt de l'hybridation ainsi que l'impact de l'humidité sur l'évolution du comportement mécanique de nos matériaux composite, une partie complémentaire sera dédiée à la comparaison des propriétés mécaniques des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 à iso taux de fibre (V_f) et pour le même type de tissu (sergé équilibré 2x2).

La seconde partie de ce chapitre s'intéresse au comportement non linéaire mis en évidence expérimentalement. Les propriétés mécaniques intrinsèques de la fibre de lin sont identifiées dans ce cadre par homogénéisation inverse. Enfin, une comparaison des trois échelles d'hybridation, i.e. celle du stratifié, du cotissé et du comélé, sera présenté avec les VERs et propriétés effectives respectives des composite hybrides.

2 Méthode d'homogénéisation

L'homogénéisation mécanique a pour but de déterminer le comportement mécanique d'un matériau hétérogène à partir de la connaissance du comportement mécanique de ses composants (ici fibre et matrice) et des informations géométriques de la microstructure (forme des inclusions et arrangement spatial) [94],[124],[126]. L'homogénéisation comporte trois étapes : la représentation, la localisation et l'homogénéisation. Il existe deux grandes familles de méthodes d'homogénéisation : approches par champs moyens et approche par champs complets [127],[130],[131].

L’approche par champ moyen repose sur la méthode d’Eshelby qui va permettre d’exprimer un tenseur de localisation qui dépend de la forme et du (des) coefficient(s) de Poisson de l'inclusion [137],[144]. Cependant cette méthode suppose les champs constants au sein des inclusions représentées par des ellipsoïdes plus ou moins dégénérées. Elle est limitée à des géométries simples, elle est insensible à la distribution spatiale des phases, mais la résolution analytique du problème d’homogénéisation rend cette méthode très efficace. Pour des géométries multi-échelle qui diffèrent d’un simple arrangement de cylindres et des inclusions aux propriétés anisotropes (cas du lin), une approche numérique en champs complets est plus précise [139]. Elle repose sur la résolution numérique d’une série de cas élémentaires de chargements mécaniques sur un volume élémentaire représentatif (VER) pour déterminer les tenseurs de localisation [141],[142],[146]. Plusieurs types de conditions limites peuvent être appliquées (Figure 68) :

- Conditions de déformation homogène, connu sous le nom de KUBC (Kinetic Uniform Boundary Conditions), une déformation homogène est appliquée sur certaines frontières du VER
- Conditions de contrainte homogène au contour ou SUBC (Static Uniform Boundary Conditions), une contrainte homogène est appliquée sur certaines frontières du VER
- Conditions périodiques ou PBC (Periodic Boundary Conditions). Une condition de continuité de déplacement entre les faces opposées du VER est imposée.

Les méthodes d’homogénéisation KUBC et SUBC encadrent le comportement homogénéisé PBC [148-150], ce qui explique le choix de la méthode PBC.

Le passage entre les contraintes et les déformations microscopiques et macroscopiques est défini par les équations suivantes [2],[3] :

$$\Sigma = \frac{1}{V}\int \sigma \, dV \tag{12}$$

$$E = \frac{1}{V}\int \varepsilon \, dV \tag{13}$$

Avec :

- Σ : contrainte macroscopique
- σ : contrainte microscopique
- E : déformation macroscopique
- ε : déformation microscopique
- V : volume de la cellule du VER

La méthode d’homogénéisation repose sur l’équivalence de l’énergie de déformation entre le cas microstructural réel et le cas homogène moyen Elle est décrite par Sous le principe de Hill-Mandel [147].

$$\frac{1}{2}\,\Sigma{:}\,\mathrm{E} \;=\; \frac{1}{2} < \sigma{:}\,\varepsilon > \qquad (14)$$

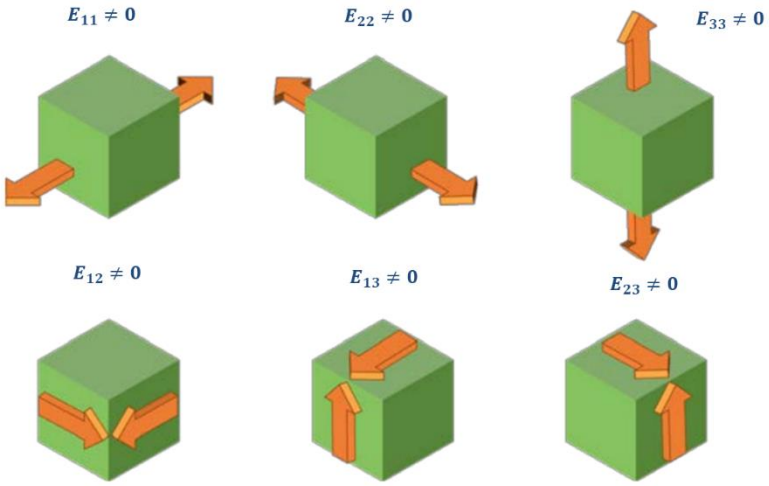


Figure 68 Chargements appliqués pour l'identification des propriétés effectives du VER [105]

La détermination des caractéristiques élastiques du composite hybride tissé nécessite l'utilisation d'une méthode d'homogénéisation numérique multi-échelle qui fait intervenir deux étapes [116-119]. La première phase concerne l'homogénéisation des constituants (fibre et matrice) à l'échelle microscopique pour prédire le comportement du toron (assimilé à un composite unidirectionnel) tandis que la deuxième étape représente l'homogénéisation à l'échelle mésoscopique (toron et matrice) qui permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques équivalentes et le comportement du composite étudié à l'échelle du milieu continu (Figure 69).

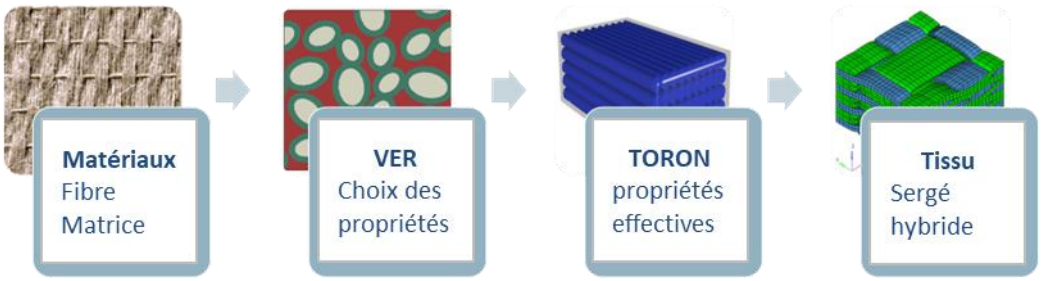


Figure 69 Différentes échelles des matériaux étudiés

La condition aux limites PBC a été choisie en raison de l'architecture textiles des renforts. Le problème d'homogénéisation numérique muti-échelles a été résolu avec Multiscale Designer développé par Altair. Cet outil met en œuvre l'approche d'homogénéisation en champ complet, dans un cadre linéaire ou non-linéaire, et possède une interface pour représenter différents types de VER selon le composite étudié avec ou sans interface fibre/matrice (Figure 70).

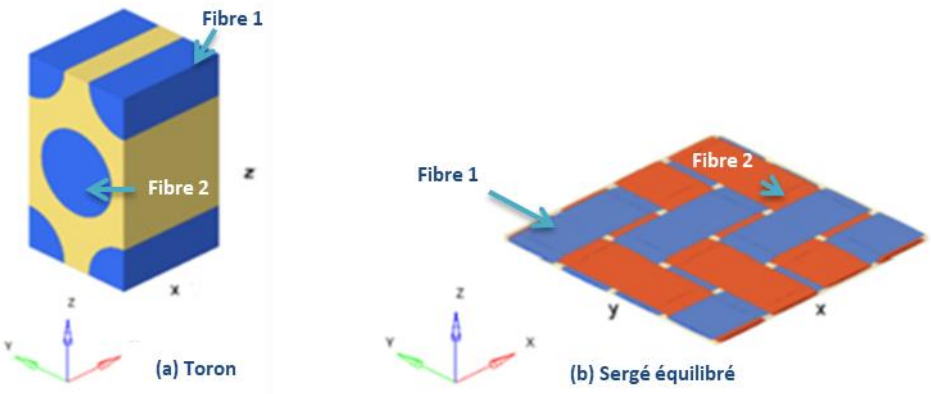


Figure 70 Volumes Elémentaires Représentatifs (VER) des torons (a) et des composites (b) [103]

Les dimensions du VER pour le toron sont calculées de manière implicite par le logiciel à partir du pourcentage de volume de fibre. Le maillage est défini à partir d'éléments tetrahédriques linéaires ou tetrahédriques quadratiques (Figure 71).

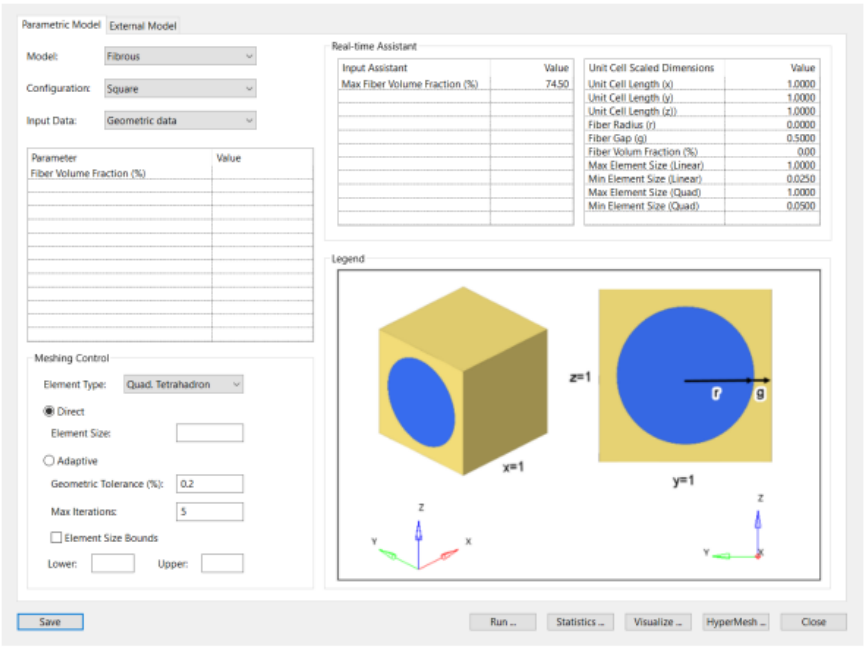


Figure 71 Interface Multiscale Designer pour le VER à l'échelle microscopique [103]

Dans un premier temps les dimensions du VER à l'échelle mésoscopique ont été définies à partir des images microscopiques des composites. Les dimensions du VER sont le grand rayon des fibres (ry), le petit rayon des fibres (rz), de l'espacement au centre des fibres (sy) ainsi que de la fraction de volume de fibre (Figure 72). Nous avons utilisé l'outil Image J pour calculer ces différentes valeurs, il permet de calculer les longueurs, les surfaces et faire une moyenne sur les différents torons de nos éprouvettes.

Figure 72 Coupes micrographiques des composites lin/PA11 (gauche), basalte/PA11 (centre) et hybride5050/PA11 (droite)

Les dimensions du VER sergé sont présentées dans la figure suivante (Figure 73) :

Dimensions	(Micromètre)
Grand rayon ry	1025
Petit rayon rz	158
Espacement sy	2470
Vf (%)	42

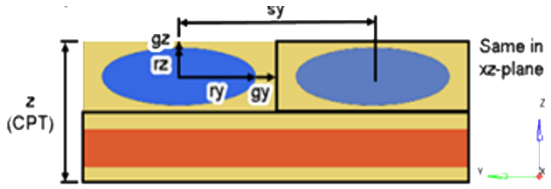


Figure 73 Dimension du VER à l'échelle mésoscopique du composite sergé lin/PA11 [103]

Ensuite nous nous sommes intéressés à l'analyse du comportement mécanique de nos matériaux pour la partie linéaire élastique. Une étude du comportement non linéaire du composite lin/PA11 et du composite hybride5050/PA11 a été réalisée dans un second temps dans le but de faire une corrélation complète de l'évolution du comportement mécanique du matériau. Pour cela nous avons utilisé des lois de comportement prédéfinies dans Multiscale Designer dont on peut citer le modèle Isotropic Damage (qui prend en considération le critère d'endommagement du matériau) et le modèle Rate-independent plasticity (RI) (intègre les déformations plastiques).

3 Etude du comportement élastique linéaire

3.1 Mise en données

Cette partie est dédiée à la détermination des propriétés effectives des matériaux composites suivants : composite lin/PA11 (sergé équilibré), basalte/PA11 (unidirectionnel), hybride5050/PA11 (sergé équilibré) et hybride3070/PA11 (sergé équilibré) et pour trois niveaux d'hygrométrie. Dans un premier temps les propriétés effectives prédites seront comparées aux résultats expérimentaux, puis l'influence de l'hygrométrie sera analysée.

Les propriétés intrinsèques des fibres de lin, des fibres de basalte et du PA11 utilisées dans les calculs d'homogénéisation sont présentées au Tableau 27. Elles sont tirées de la littérature.

Propriétés mécaniques	Basalte [39]	Lin [8]	PA11[40]
Module d'Young longitudinal E_{f_1}(MPa)	89000	52000	1400
Module d'Young transversal E_{f_2}(MPa)	-	8000	-
Module longitudinal de cisaillement $G_{f_{12}}$(MPa)	-	2410	-
Module transversal de cisaillement $G_{f_{23}}$(MPa)	-	2930	-
Coefficient de Poisson	0.2	0.4	0.42
Densité (g/cm^3)	2.7	1.4	1.03

Tableau 27 Propriétés mécaniques des fibres de lin et du basalte et la matrice PA11 à HR0

Les informations géométriques des matériaux, c'est-à-dire les fractions volumiques et architecture des renforts, sont regroupées dans le Tableau 28.

	Lin	Basalte	hybride5050	hybride3070
V_f	**42%**	**27%**	**33%**	**36%**
Tissu	Sergé	UD	Sergé	Sergé

Tableau 28 Fraction volumique des matériaux composites étudiés

3.2 Résultats de l'homogénéisation à HR0

Dans un premier temps, les propriétés mécaniques des matériaux composites à l'état sec HR0 sont analysées afin d'isoler l'influence de l'hygrométrie et de mieux comprendre l'intérêt de l'hybridation. Les propriétés effectives calculées sont regroupées dans le Tableau 3 et comparées graphiquement en Figure 74. Une comparaison avec les résultats expérimentaux a été effectuée afin de mettre en évidence les limitations de l'homogénéisation et expliquer l'origine de cette différence.

Propriétés numériques HR0	$E_{11}(MPa)$	$E_{22}(MPa)$	$G_{12}(MPa)$
Lin/PA11	9970	9970	1090
Basalte/PA11	27700	2330	1040
Hybride5050 /PA11	15000	15000	1090
Hybride3070 /PA11	13900	13900	1080

Tableau 29 Propriétés élastiques prédites pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 à HR0

Comme attendu, du fait de l'utilisation d'un tissu sergé équilibré, les modules longitudinal E_{11} et transversal E_{22} sont identiques pour les matériaux lin/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11. Pour le composite basalte/PA11 qui est unidirectionnel, on retrouve une différence considérable entre le module E_{11} (27700 MPa) et le module E_{22} (2330 MPa). Le module de cisaillement plan est similaire pour

tous les matériaux composites, en effet, il reflète le comportement mécanique de la matrice PA11 qui occupe une fraction très majoritaire du volume du matériau. Logiquement, les propriétés élastiques des composites hybrides (hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11) sont considérablement importantes comparées au composite lin/PA11 (+50% pour le composite hybride5050/PA11 et +40% pour le composite hybride3070/PA11), ce qui surligne l'intérêt de l'hybridation avec le basalte. La comparaison des propriétés effectives des deux matériaux composites hybrides montre que le composite hybride5050/PA11 a un module d'Young (15000 MPa) plus important de 8% comparé au composite hybride3070/PA11 (13900MPa). Ce résultat permet de déduire que le taux des fibres de lin et de basalte à un impact faible sur l'évolution des propriétés mécaniques du composite hybride.

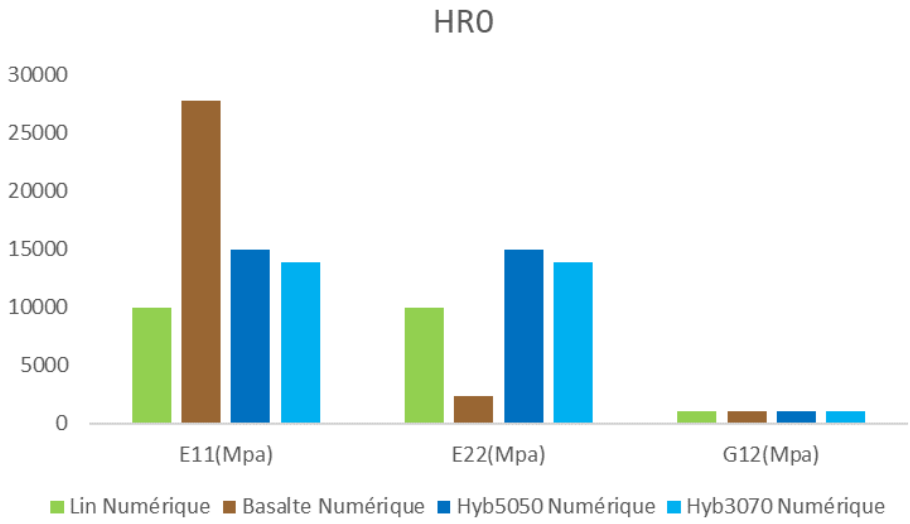


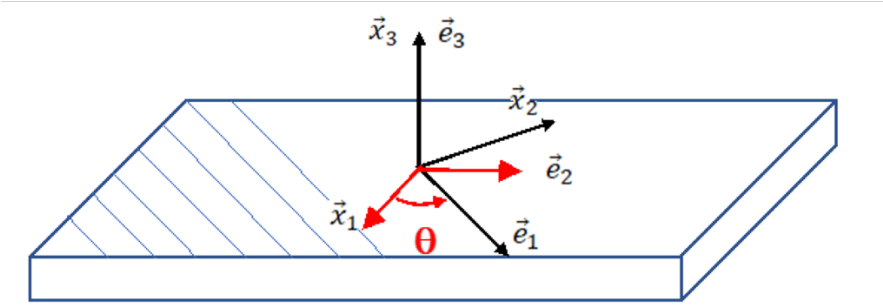
Figure 74 Propriétés élastiques prédites pour les composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 à HR0

Les propriétés élastiques effectives calculées sont comparées aux propriétés mesurées afin de vérifier la cohérence des résultats calculés. Le Tableau 30 compare les propriétés élastiques expérimentales et numériques.

HR0		$E_{11}(MPa)$	$E_{22}(MPa)$	$G_{12}(MPa)$
Lin/PA11	**Expérimental**	10100	12807	949
	Numérique	9970 (-1.29%)	9970 (-22.15%)	1090 (+14.86%)
Basalte/PA11	**Expérimental**	23283	4220	801
	Numérique	27700 (+18.97%)	2330 (-44.79%)	1040 (+29.84%)
Hybride5050/PA11	**Expérimental**	10218	11395	1240
	Numérique	15000 (+46.80%)	15000 (+31.64%)	1090 (-12.10%)
Hybride3070/PA11	**Expérimental**	11070	10014	822
	Numérique	13900 (+25.56%)	13900 (+38.81%)	1080 (+31.39%)

Tableau 30 Comparaison des propriétés élastiques numériques et expérimentales des composites lin/PA11, basalte/PA11 et hybride5050/PA11 à HR0

Nous remarquons que l'erreur est relativement importante pour les composites hybride5050/PA11, hybride3070/PA11 et le composite basalte/PA11.Dans un premier temps nous nous intéressons à l'erreur du composite basalte/PA11. En effet, l'erreur est liée à un problème de désalignement des fibres de basalte par rapport à l'axe 0°. L'évolution des propriétés mécanique longitudinale et transversale est représentée par le schéma de la Figure 75 et les équations (15).



L : direction théorique des fibres x : direction de la traction

Figure 75 Représentation de la déviation des fibres entre leur direction théorique et la direction de traction

$$\begin{cases} \frac{1}{E_{x1}} = \frac{1}{E_{11}}\cos\theta^4 + \frac{1}{E_{22}}\sin\theta^4 + \left(\frac{1}{G_{12}} - 2\frac{\nu_{12}}{E_{11}}\right)\sin\theta^2\cos\theta^2 \\ \frac{1}{E_{X2}} = \frac{1}{E_{22}}\cos\theta^4 + \frac{1}{E_{11}}\sin\theta^4 + \left(\frac{1}{G_{12}} - 2\frac{\nu_{12}}{E_{22}}\right)\sin\theta^2\cos\theta^2 \end{cases} \quad (15)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{E_{x1}} - \frac{1}{E_{X2}} = \left(\frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2}\right)(\sin\theta^4 - \cos\theta^4 + 2\nu_{12}\sin\theta^2\cos\theta^2)$$

Avec :

- E_{x1} : module longitudinal selon la direction de traction
- E_{x2} : module transversal selon la direction de traction
- E_{11} : module longitudinal selon la direction des fibres
- E_{22} : module transversal selon la direction des fibres
- G_{12} : module de cisaillement selon la direction des fibres
- ν_{12} : coefficient de Poisson
- θ : angle de déviation des fibres

Les propriétés mécaniques élastique du composite basalte/PA11 dans la directions longitudinale et transversale pour un angle de déviation 10° sont présenté dans le Tableau 31.

	Basalte			
Propriétés mécaniques	$E_{X1}(MPa)$	$E_{X2}(MPa)$	$E_{11}(MPa)$	$E_{22}(MPa)$
Expérimentale	23283	4220	29450	2477
Numérique	27700	2330	27700	2330
Erreur %	-19	45	6	6

Tableau 31 Erreur entre les propriétés élastiques prédites et mesurées des composites Lin/PA11, Basalte/PA11, Hyb5050/PA11 et Hyb3070/PA11 à HR0

Nous constatons que pour l'angle de déviation 10° nous avons les valeurs suivantes : l'erreur est réduite et passe de 19% dans le sens longitudinal à 6% et de 45% à 6% dans le sens transversal

Nous remarquons qu'il existe une différence relativement importante entre les toutes les propriétés élastiques prédites et mesurées (E_{11}, E_{22} et G_{12}). En effet, les composites hybrides 5050 et 3070 affichent une erreur élevée de 47% pour le matériau hybride5050 (longitudinal) et 26% pour le composite hybride3070. Ce résultat peut être expliqué par la différence de la distribution des fibres de lin et des fibres de basalte au sein du composite hybride ainsi que les interfaces lin/basalte et l'interface fibre/matrice, une limitation de la représentation du matériau hybride à l'échelle du VER (Figure 76). D'autre part, une différence a pu être observée entre les propriétés mécaniques intrinsèques des matériaux utilisés et les valeurs disponibles dans la bibliographie.

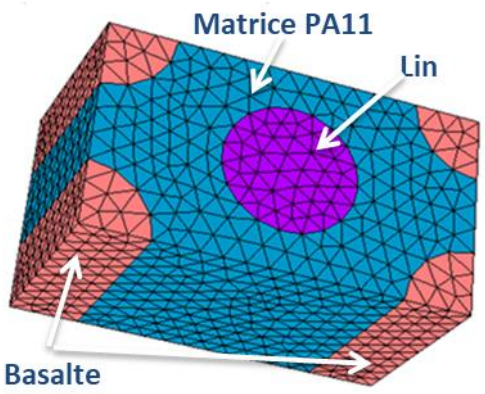


Figure 76 VER du matériau hybride5050/PA11 [103]

Concernant les composites Lin/PA11 et le composite Basalte/PA11, nous constatons que l'erreur est faible essentiellement dans le sens longitudinal du matériau avec 1.3% pour le lin et 2% pour le basalte. Cette différence peut être liée à la différence des propriétés intrinsèques des fibres de lin et des fibres de basalte présentes dans la littérature [39],[8] et les propriétés réelles des fibres utilisées pour nos matériaux composites.

3.3 Impact de l'hygrométrie

Nous nous intéressons dans cette partie à l'étude de l'impact de l'hygrométrie sur l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux composites lin/P11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11. Les propriétés intrinsèques de la fibre de basalte et de la fibre de lin sont issues des résultats existants dans la littérature [8],[39] et les modules d'Young de la matrice PA11 pour les trois niveaux d'humidité (HR0, HR50 et HR85) ont été déterminés dans la partie expérimentale. Les différentes propriétés sont représentées dans le Tableau 32:

Propriétés mécaniques	Basalte [39]			Lin [8]			PA11[40]		
	HR0	HR50	HR85	HR0	HR50	HR85	HR0	HR50	HR85
Module d'Young longitudinal E_{f_1}(MPa)	89000	89000	89000	52000	50000	46700	1400	1142	996
Module d'Young transversal E_{f_2}(MPa)	-	-	-	8000	7692	7184	-	-	-
Module longitudinal de cisaillement $G_{f_{12}}$(MPa)	-	-	-	2410	2317	2164	-	-	-
Module transversal de cisaillement $G_{f_{23}}$(MPa)	-	-	-	2930	2817	2631	-	-	-
Coefficient de poisson	0.2	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4	0.48	0.48	0.48
Densité (g/cm3)	2.7	2.7	2.7	1.4	1.4	1.4	1.03	1.03	1.03

Tableau 32 Propriétés mécaniques des fibres de lin et du basalte et la matrice PA11 à HR0, HR50 et HR85

Nous avons effectué les différentes homogénéisations pour les trois niveaux d'hygrométrie : HR0, HR50 et HR85. Le Tableau 33 présente l'ensemble des résultats comparés aux valeurs expérimentales et précise l'erreur calculée.

Humidité relative		E11(MPa)	E22(MPa)	G12(MPa)
Lin/PA11	HR0	9970	9970	1090
	HR50	9270	9250	923
	HR85	8550	8554	817
Basalte/PA11	HR0	27700	2330	1040
	HR50	24900	1800	804
	HR85	24800	1570	702
Hybride5050/PA11	HR0	15000	15000	1090
	HR50	14100	14100	893
	HR85	13400	13400	782
Hybride3070/PA11	HR0	13900	13900	1080
	HR50	13000	13000	889
	HR85	12700	12184	778

Tableau 33 Comparaison des propriétés élastiques numériques des composites Lin/PA11, Basalte/PA11, Hyb5050/PA11 et Hyb3070/PA11 pour HR0, HR50 et HR85

Les résultats de l'homogénéisation du composite lin/PA11 pour les trois niveaux d'humidité montrent une réduction de ses propriétés mécaniques. Cette dégradation des propriétés mécaniques provient essentiellement de la sensibilité à l'humidité de la fibre de lin et de la matrice PA11. La sensibilité du composite basalte/PA11 varie en fonction de la direction de sollicitation. La réduction des propriétés élastiques est logiquement plus sensible dans les directions où le polymère est davantage sollicité, c'est-à-dire dans le sens transverse et en cisaillement plan. Ce phénomène est accentué par le taux volumique de fibre assez faible pour le composite basalte/PA11 (27%). Les propriétés effectives calculées par la méthode d'homogénéisation pour le composite hybride5050/PA11 montre une faible dégradation des modules longitudinaux E_{11} et transversaux E_{22}, qui sont identiques. Pour HR50, nous constatons une faible variation de 6% comparé aux composites lin/PA11 (8%) et basalte/PA11 (11%). Pour HR85, nous avons une dégradation de 11% plus faible que le composite lin/PA11 (15%). Nous pouvons considérer l'intérêt de l'hybridation qui permet de réduire l'impact de l'hygrométrie sur les propriétés effectives du matériau composite hybride comparé au composite lin/PA11. Les résultats d'homogénéisation pour le composite hybride3070/PA11 montrent une diminution du module E_{11} de 7% pour HR50 et de 9% pour HR85. Nous constatons aussi une légère différence entre le module longitudinal E_{11} et transversal E_{22} pour HR85 ($E_{11} = 12700\ \mathrm{MPa}$ et $E_{22} = 12184\ \mathrm{MPa}$). Nous considérons que la dégradation des propriétés mécaniques du composite hybride3070/PA11 et du composite hybride5050/PA11 est semblable avec une légère différence (2% pour HR50 dans le sens longitudinal et 2% pour HR85 dans le sens transversal).

Les erreurs calculées pour les propriétés élastiques mesurées et prédites peuvent aussi s'expliquer par la limitation de l'outil d'homogénéisation Multiscale Designer pour reproduire et modéliser les phénomènes physiques lié à l'impact de l'humidité. Trois types de limitation sont identifiées :

- Modélisation de la distribution spatiale de l'humidité dans le matériau composite. Nous pouvons avoir une répartition différente de l'humidité au niveau de la fibre et au niveau de la matrice, en fonction de leurs sensibilités à l'humidité respectives.
- La potentielle dégradation ou évolution de l'interface fibre/matrice n'est pas prise en compte dans le modèle. Une étude complémentaire de l'interface lin/PA11 et l'interface basalte/PA11 serait à mener pour mieux comprendre la contribution de l'interface dans le comportement et les propriétés élastiques.
- Modélisation de l'évolution de la morphologie des fibres de lin avec le phénomène de gonflement lié à l'humidité qui modifie les propriétés mécaniques de la fibre de lin et de l'interface avec la matrice, mais aussi l'angle micro fibrillaire qui influence les propriétés mécaniques de la fibre de lin.
- Modélisation des interfaces fibre/fibre et les interfaces fibre/matrice

- La complexité de l'architecture du composite hybride sergé. impliquant une non-linéarité géométrique ainsi que le regroupement des fibres de lin en faisceaux et dont les propriétés mécaniques sont connues pour différentes de celles des fibres élémentaires.

4 Etude du comportement non linéaire du composite lin/PA11

Le comportement mécanique du composite lin/PA11 est un comportement non linéaire, nous allons procéder dans cette partie à l'étude du comportement mécanique non linéaire des matériaux composites lin/PA11 et hybride5050/PA11 pour les trois niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85.

Nous avons utilisé une loi de comportement prédéfinie dans Multiscale Designer (Rate-independent plasticity RI) qui permet de modéliser la déformation élastique et la déformation plastique selon la loi de comportement RI :

$$\sigma = \sigma_y + (\sigma_1 - \sigma_y)\left[1 - e^{-\delta(\varepsilon - \frac{\sigma}{E})}\right] + H\left(\varepsilon - \frac{\sigma}{E}\right) \quad (16)$$

Où :

- σ_y représente la limite d'élasticité,
- σ_1 est la contrainte ultime,
- H est le terme linéaire de la loi d'écrouissage isotrope,
- Et δ est l'exposant de la loi d'évolution.

4.1 Matrice PA11

Dans un premier temps, les paramètres de la loi de comportement non-linéaire pour la matrice PA11 ont été identifiés à partir des courbes expérimentales, regroupés dans le Tableau 34.

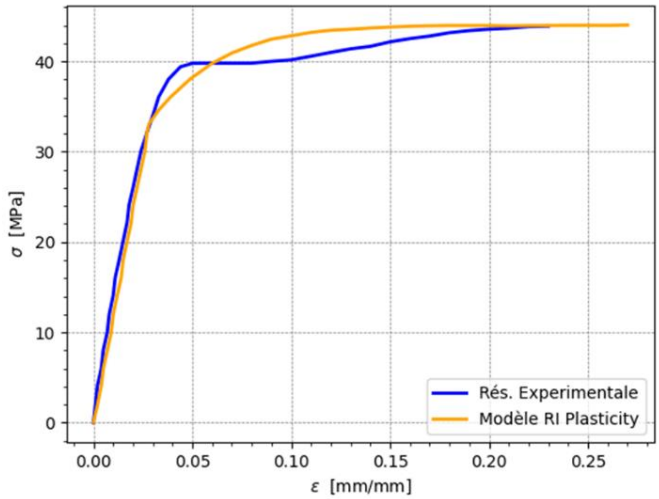
Humidité relative	E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_1 (MPa)	δ	H
HR0	1200	33,37	43,97	35	0
HR50	1142	27,03	38,81	12	7
HR85	995	17,48	35,99	15	3

Tableau 34 Paramètre du modèle RI pour la matrice PA11

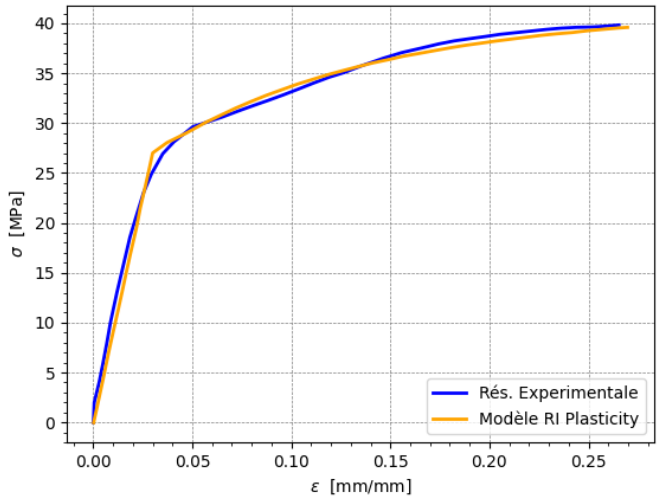
Les courbes expérimentales contrainte/déformation de la matrice PA11 pour les niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85 sont comparées en (c) Condition HR85

Figure 77 aux courbes de comportement identifiées avec les paramètres du Tableau 34. Un excellent accord est obtenu pour les conditions HR50 et HR85, alors que le

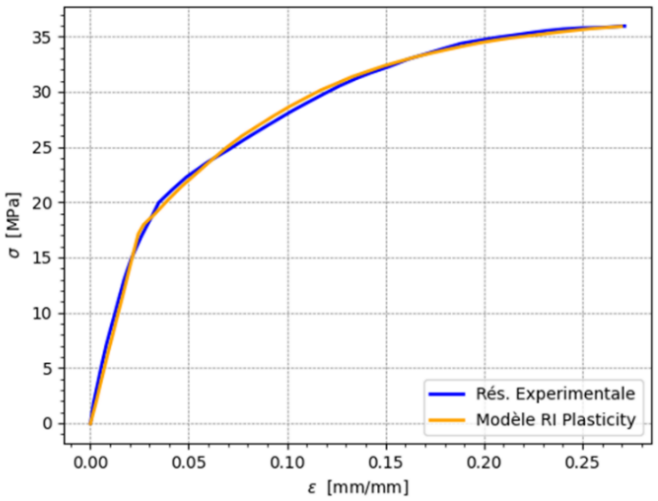
modèle traduit un peu moins bien le comportement à HR0 au-delà du régime élastique.



(a) Condition HR0



(b) Condition HR50



(c) Condition HR85

Figure 77 Comparaison du modèle de comportement de la matrice PA11 avec les courbes expérimentales pour les niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85

4.2 Identification des paramètres de la loi de comportement pour la fibre de lin

Compte tenu des incertitudes sur les propriétés mécaniques intrinsèques des fibres de lin, Multiscale Designer est employé pour effectuer une homogénéisation inverse à partir des courbes expérimentales pour identifier les paramètres du modèle pour la fibre de lin. Ces derniers sont reportés dans le Tableau 35.

Humidité relative	E(MPa)	σ_y (MPa)	σ_1 (MPa)	δ	H
HR0	30880	90	210	400	10000
HR50	28550	80	200	250	12500
HR85	17430	75	180	1000	15000

Tableau 35 Paramètre du modèle RI pour le composite lin/PA11

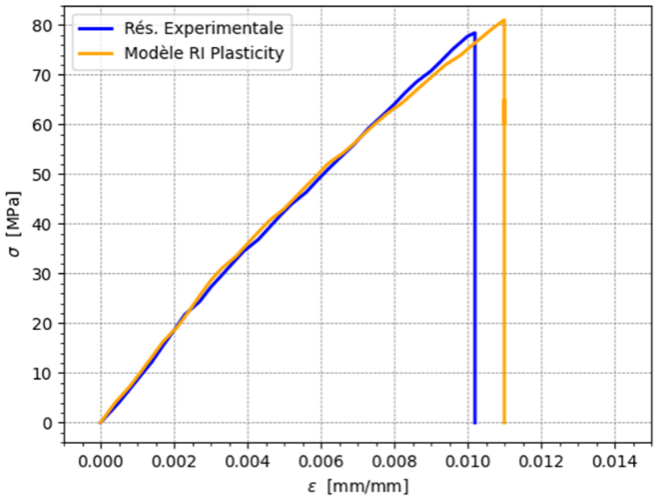
Les modules axiaux E de la fibre de lin issues de l'homogénéisation inverse dans les conditions HR0, HR50 et HR85 sont comparés aux valeurs utilisées dans l'homogénéisation numérique issues de la littérature (Tableau 36).

	HR0	HR50	HR85
Littérature E (GPa)	52	50	46.8
Homogénéisation inverse E (GPa)	30.88	28.55	17.43

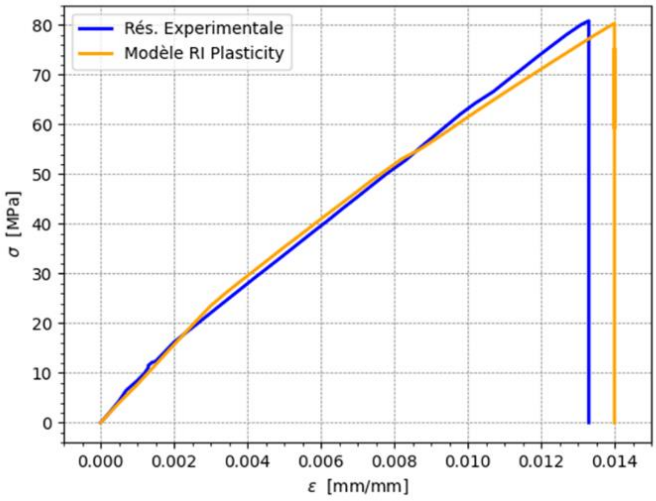
Tableau 36 Comparaison des modules d'Young axiaux des fibres de lin issus de la littérature et identifiés par approche inverse, pour trois niveaux d'hygrométrie HR0, HR50 et HR85[8]

Des écarts importants de module d'Young sont constatés, puisque l'identification inverse conduit systématiquement à des valeurs très inférieures aux valeurs de la littérature. Ces différences peuvent venir de la dispersion des propriétés mécaniques des fibres de lin en fonction de leur nature (type), mais aussi des écarts entre les valeurs publiées qui concernent les fibres unitaires et celles concernant les faisceaux de fibres. Nous pouvons ajouter que l'architecture tissée du renfort du composite lin/PA11 introduit des biais de comportement

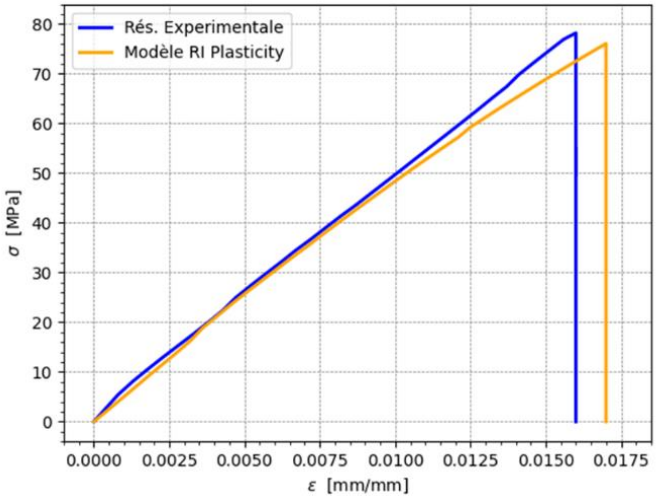
La Figure 78 compare les réponses en traction mesurées et modélisées du composite lin/PA11 pour les trois niveaux d'humidité. Les comportements sont assez fidèlement reproduits avec le modèle non-linéaire proposé.



(a) Condition HR0



(b) Condition HR50



(c) Condition HR85

Figure 78 Comparaison des réponses expérimentales et numériques du composite lin/PA11 dans la direction 0° pour les niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85

4.3 Modélisation du comportement du composite hybride5050/PA11

Le comportement mécanique du composite hybride5050/PA11 pour les trois niveaux d'hygrométrie HR0, HR50 et HR85 a été modélisé en utilisant les valeurs identifiées pour le PA11 et la fibre de lin. Les réponses mécaniques obtenues sont présentées en Figure 79.

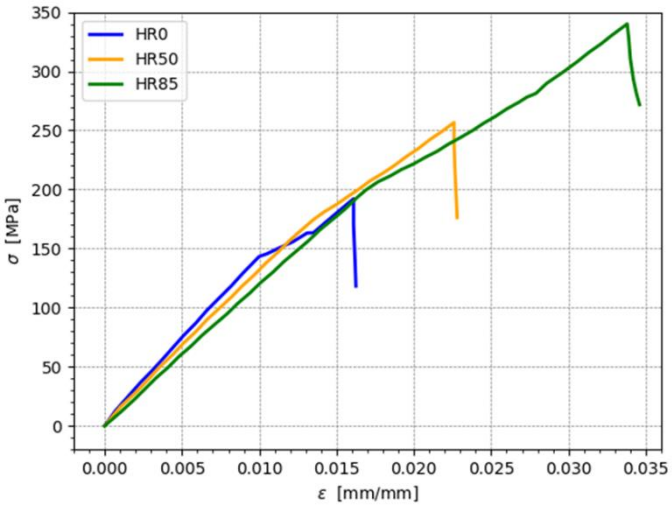
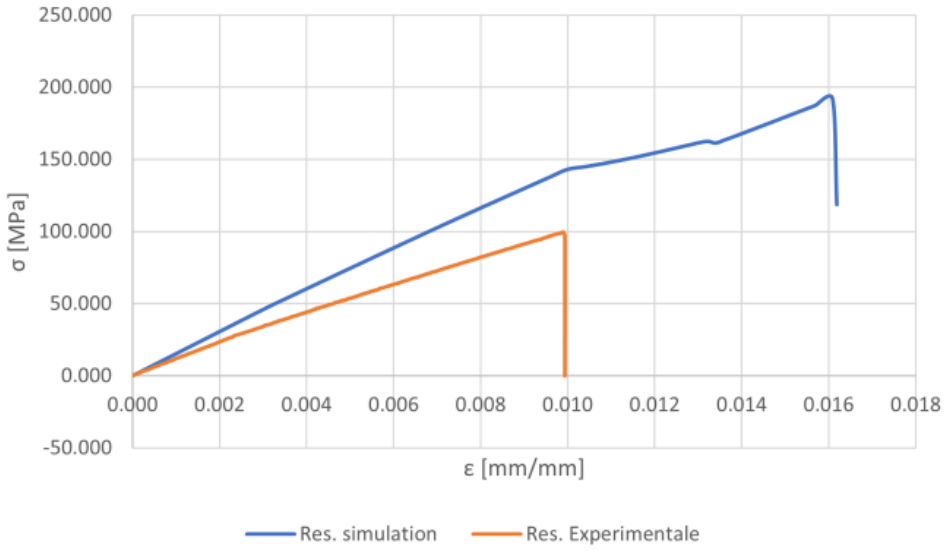


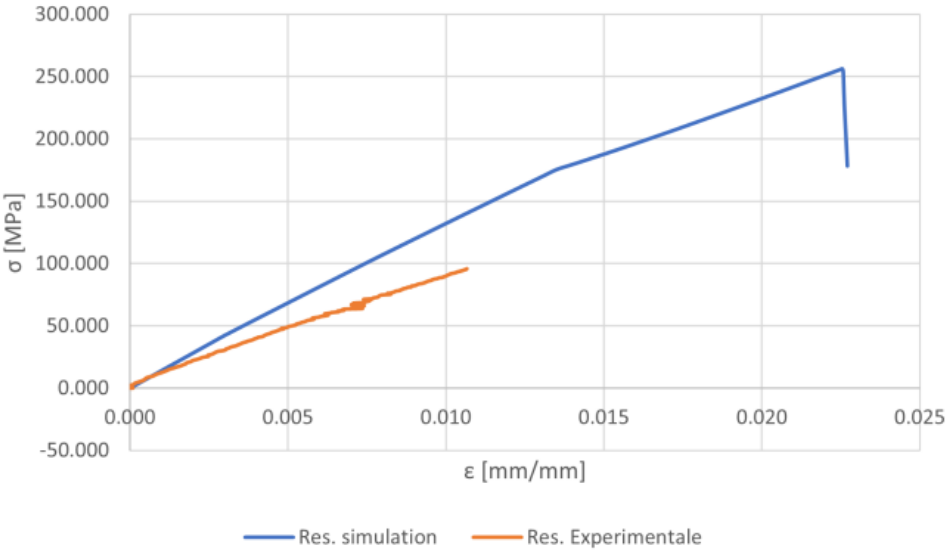
Figure 79 Réponse numérique du composite hybride5050/PA11 dans la direction 0° pour les niveaux d'humidité HR0, HR50 et HR85

A titre de comparaison, les réponses mécaniques calculées à HR0, HR50 et HR85 est comparée avec les résultats expérimentaux en Figure 80. En dépit de

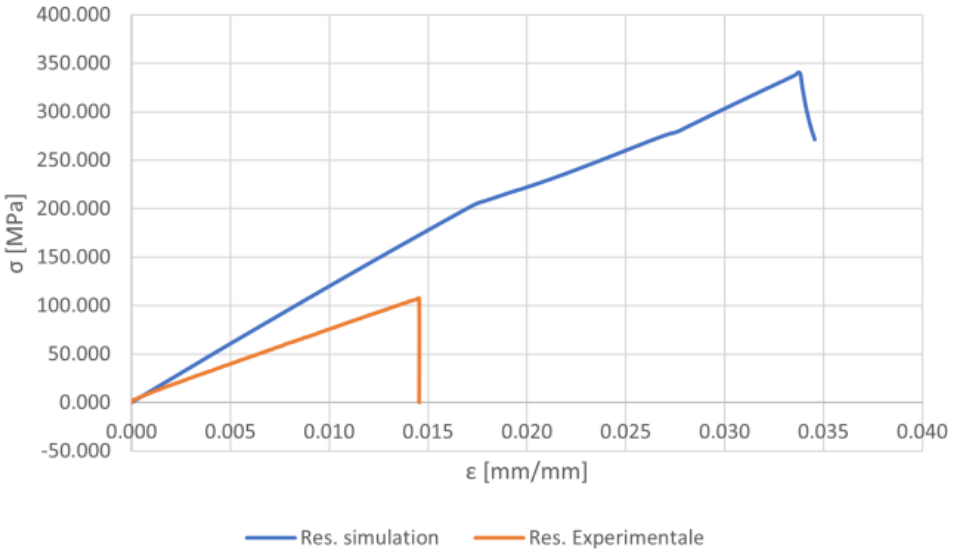
l'identification inverse effectuée sur le PA11 et la fibre de lin, les résultats montrent qu'il y a écart important avec la courbe expérimentale. Le comportement du composite hybride ne peut pas être déduit de celui des constituants étudiés séparément. Cette différence peut provenir de l'influence des interfaces fibres/matrice qui n'est pas pris en compte dans ce modèle ainsi que la morphologie et architecture sergé du tissu.



(a) Condition HR0



(b) Condition HR50



(c) Condition HR85

Figure 80 Comparaison des réponses expérimentales et numériques du composite hybride5050/PA11 dans la direction 0° à HR0, HR50 & HR85

5 Etude de l'influence de l'échelle d'hybridation sur le comportement élastique

Cette partie est consacrée à l'étude de l'impact de l'échelle d'hybridation sur le comportement mécanique du matériau composite hybride 5050. Pour cela nous avons commencé par développé des VER dédié à chaque type d'hybridation sur l'outil Hypermesh ; composite comélé, composite cotissé et composite stratifié (Figure 81). Le composite comélé est un composite sergé équilibré dont la fibre unitaire est un mélange de la fibre de lin et la fibre de basalte. Pour le composite stratifié nous avons un composite formé par une couche de lin sergé et une couche de basalte unidirectionnelle.

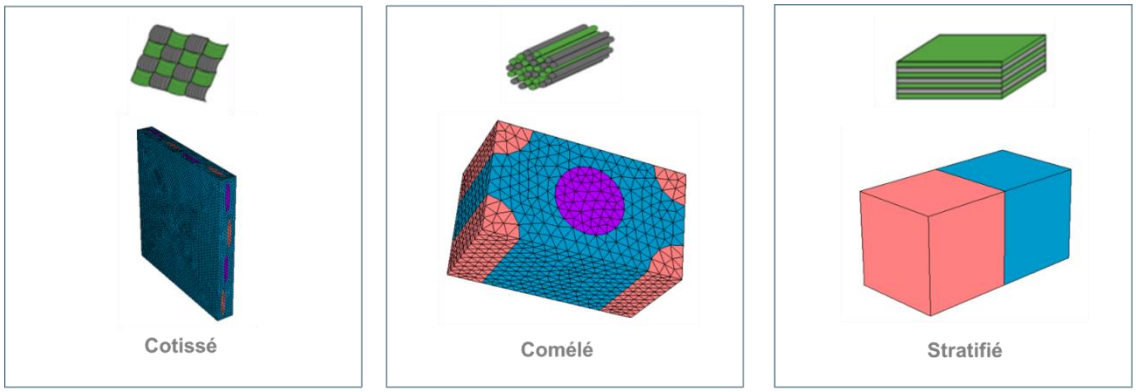


Figure 81 VER développés sur Hypermesh pour les différentes échelles d'hybridation

Les résultats des propriétés mécaniques linéaires des matériaux composites hybrides sont présentés dans le tableau suivant (Tableau 37)

	E11 (MPa)	E22 (MPa)	G12 (MPa)
Comélé	15000	15000	1090
Cotissé	15000	15100	1090
Stratifié	18800	6140	1840

Tableau 37 Résultats de la simulation numérique pour les différents matériaux composite hybride

Les premières valeurs des simulations numériques montrent que le composite hybride comélé et le composite hybride cotissé ont des propriétés mécaniques semblables, en effet l'hybridation est localisée au même niveau (même couche), nous pouvons considérer que la répartition des fibres au niveau de la même couche n'a pas d'influence considérable sur propriétés longitudinales et transversales. Nous constatons aussi que le comportement du composite est relativement équilibré dans les deux sens du matériau. Cependant, nous pouvons remarquer la différence des propriétés mécaniques du composite stratifié avec celle des composites comélé et cotissé. Cette différence est liée aussi à la disposition des couches du composite stratifié, il est composé d'une couche sergé équilibré de lin et une couche unidirectionnelle de basalte.

Conclusion

L’idée principale de ces travaux de recherche est le développement un matériau bio sourcé qui peut répondre aux exigences et contraintes mécaniques, thermiques et économique de l’industrie automobile avec le respect de l’environnement. Une étude comparative des différentes fibres et matrices naturelles nous a conduit à choisir la combinaison lin, basalte et PA11 vu leurs propriétés complémentaires. Ensuite nous avons défini les paramètres de la thermocompression (température, pression et temps de maintien) pour la phase de chauffage et la phase de refroidissement. Le choix de ces paramètres a été réalisé à partir des propriétés intrinsèques de la matrice PA11 (Température de fusion) et de la fibre de lin (sensibilité à l’humidité et à la température). Par la suite, nous avons déterminé les protocoles de conditionnement de nos éprouvettes (PA11 et composite) pour trois niveaux d’hygrométrie HR0, HR50 et HR85. L’analyse de ces protocoles a permis de mettre en évidence l’intérêt de l’hybridation pour limiter la sensibilité des fibres de lin à l’humidité. La deuxième phase a été consacrée à la caractérisation expérimentale des différents composites lin/PA11, basalte/PA11, hybride5050/PA11 et hybride3070/PA11 ainsi que la matrice PA11. Nous avons identifié les propriétés mécaniques des matériaux étudiés pour trois niveaux d’humidité (HR0, HR50 et HR85) et à température ambiante T23°C. Les résultats des essais de caractérisation mettent en évidence l'intérêt de l'hybridation. En effet, l'utilisation de fibres de basalte avec des fibres de lin améliore les performances mécaniques du composite hybride par rapport au composite lin/PA11 et réduit sa densité en augmentant le gain de masse potentiel par rapport au composite basalte/PA11. De plus, l'hybridation a permis une réduction significative de la dispersion des propriétés mécaniques du composite hybride5050/PA11 par rapport aux composites lin/PA11 et basalte/PA11. Les résultats de l'étude expérimentale sont en accord avec ceux obtenus dans d’autres travaux de recherche. En effet, l'hybridation améliore les performances mécaniques du composite hybride et réduit sa sensibilité à l'humidité, en particulier lorsqu'une fibre végétale est combinée à une fibre synthétique qui absorbe peu l'humidité [8],[10],[12]. Les fibres de basalte améliorent la durabilité et limitent la sensibilité des fibres de lin [43, 44].

La dernière partie de nos travaux de recherche a été consacré à l'homogénéisation numérique multi-échelle pour la détermination des propriétés effectives des matériaux étudiés. Nous avons utilisé l’outil Multiscale Designer pour l’étude numérique du comportement linéaire et non linéaire de nos matériaux composite en se basant sur des modèles prédéfinis. L’homogénéisation a également permis de comprendre l'influence de l'hygrométrie sur le comportement du composite. La comparaison des propriétés numériques avec les propriétés expérimentales montre une erreur significative. Cette différence peut s’explique par plusieurs hypothèses. En premier lieu la différence des propriétés intrinsèques des fibres de lin et des fibres de basalte (réelles/ littérature). Puis la limitation de la modélisation des interface fibre/matrice et

des interfaces fibre/fibre. Finalement, la complexité de l'architecture du composite hybride sergé qui implique une non-linéarité géométrique. Enfin nous avons comparé les trois échelles d'hybridation : l'échelle du stratifié, l'échelle de la couche (par co-tissage) et l'échelle de la fibre (par mélange de deux fibres différentes). Une étude de l'interface fibre/matrice pourrait corriger les résultats de la simulation numérique et donner une idée plus claire sur le comportement mécanique de notre matériau. Nous proposons de vérifier l'impact de la variation du VER (taille, forme et répartition des fibres), des conditions limites à appliquer notamment pour le VER du composite et enfin de la répartition d'humidité au sein des torons et du composite. De plus nous préconisons d'effectuer une comparaison supplémentaire entre les différents matériaux composites à travers une homogénéisation des composites étudiés avec une teneur en fibres identique et une armure identique (V_f de 42% et sergé équilibré).

Bibliographies

[1] Rangappa, S M, Siengchin, S, Parameswaranpillai, J, Jawaid, M, Ozbakkaloglu, T, (2022), Lignocellulosic fiber reinforced composites : Progress, performance, properties, applications, and future perspectives, Polymer Composites, p 645-691.

[2] Jeyaguru, S, Thiagamani, S M K, Pulikkalparambil, H, Siengchin S, Subramaniam J, Rangappa S M, Muthukumar, C, Krishnasamy, S, (2022), Mechanical, acoustic and vibration performance of intra-ply kevlar/PALF epoxy hybrid composites: Effects of different weaving patterns, Polymer Composites, p 3902-3914.

[3] Sanjay, M R, Madhu, P, Jawaid, M, Senthamaraikannan, P, Senthil, S, Pradeep, S, (2018), Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review, Journal of Cleaner Production, p 566-581.

[4] Swolfs,Y, Verpoest, I,Gorbatikh, L, (2019), Recent advances in fiber hybrid composites : materials selection, opportunities and applications, International materials reviews, p 181–215.

[5] Raponi, E, Boria, S, Giammaria, V, Fischer, B, Pörnbacher, J, Sarasini, F, Tirillò, J, (2022), Effect of basalt intraply hybridization on the damage tolerance of flax laminates: Experimental analysis and analytical modelling under low-velocity impact, Composite structures 287,115270.

[6] Fargassa, C, Pavlovic, A, Santulli, C, (2018), Mechanical and impact characterization of flax and basalt fiber vinylester composites and their hybrids, Composite Part B 137, p 247-259.

[7] Petrucci, P,Santulli, C, Puglia, D, Sarasini F, Torre, L, Kenny, J M,(2013),Mechanical characterization of hybrid composite laminates based on basalt fibers in combination with flax, hemp and glass manufactured by vacuum infusion, Materials and Design 49, p 728-735.

[8] Nasimudeen, N A, Karounamourthy, S, Selvarathinam, J, Thiagamani, S M K, Pulikkalparambil, H, Krishnasamy S, Muthukumar, C, (2021), Mechanical, absorption, and swelling properties of Vinyl Ester based natural fibre hybrid composite, Applied Science and Engineering Progress, Vol 14 N°4, p 680-688

[9] Jeyaguru,S, Thiagamani, S M K, Rangappa, S M, Siengchin, S, (2023),Effects of different weaving patterns on thermomechanical and dynamic mechanical properties of Kevlar/pineapple leaf fiber hybrid composites, Express Polymer Letters Vol 17 N°4, p 353-372.

[10] Jeyaguru, S, Thiagamani, S M K, Pulikkalparambil, H, Siengchin, S, Krishnasamy, S, Rajkumar, A G, Muthukumar, C, Rangappa, S M, (2022), Effect of different weaving patterns on thermomechanical and dynamic mechanical properties of Kevlar/pineapple leaf fiber hybrid composites, Polymer composites, p 4979-4997.

[11] K. Charlet, J.-P. Jernot, M. Gomina, C. Baley, L. Bizet, et J. Bréard, « Morphology and mechanical behavior of a natural composite: the flax fiber », 16th ICCM, Kyoto, Japon, 2007.

[12] Jeyaguru, S, Thiagamani, S M K, Pulikkalparambil, H, Siengchin, S, Krishnasamy, S, Muthukumar, C, Rangappa, S M, Ilyas, R A, Radzi, A M, (2022), Mechanical, absorption, and swelling properties of jute/kenaf/banana reinforced epoxy hybrid composites: Influence of various stacking sequences, Polymer Composites, p 8297-8307

[13] Chandrasekar, M, Shahroze, R M, Senthil Muthu Kumar, T, Senthilkumar, K, Ishak, M R, Rajini, N, Siengchin, S, (2022), Influence of a silica aerogel filler on the mechanical, thermal, and physical properties of flax/epoxy composite, Mechanics of composite Materials, Vol 58, N°2, p 383-396.

[14] A. Thuault, S. Eve, J. Bazin, K. Charlet, F. Destaing, M. Gomina, et J. Bréard, « Morphologie, biocomposition et comportement mécanique des fibres de lin », Matériaux & Techniques, p. 6, 2011.

[15] Mohit, H, Rangappa, S M, Siengchin, S, Gorbatyuk, S, Manimaran, P, Alka Kumari, C, Khan, A, Doddamani, M, (2022), A comprehensive review on performance and machinability of plant fiber polymer composites, Polymer Composites, p 608-623.

[16] Chandrasekar, M, Siva, I, Kumar, T S M, Senthilkumar, K, Siengchin, S, Rajini, N, (2020), Influence of fibre inter-ply orientation on the mechanical and free vibration properties of banana fibre reinforced polyester composite laminates, Journal of Polymers and the Environment, p 2789–2800.

[17] Baley, C,Bourmaud, A,Scida, D, (2017),Influence of the scatting of flax fibers properties on flax/epoxy woven ply stiffness, Materials and Design, p 136-145

[18] Gay, Composite Materials Design and Applications. 2016.

[19] Hearle J.W.S., “The fine structure of fibres and crystalline polymers - III. Interpretation of the mechanical properties of fibres”, Journal of applied polymer science, 1963, 7, 1207-1223

[20] Charlet, K, « Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques », Thèse de doctorat, Université de Caen (2006) ;
[21] Baley, C, (2002), Analysis of the flax fibers tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase, Composites: Part A, 33: 939-948.
[22] Bossuyt V., « Etude la structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin », Thèse de doctorat, Lille (1941).
[23] Jauneau, A., Morvan, C., Lefebvre, F., Demarty, M., Ripoll, C., Thellier, M., (1992), Differential extractability of calcium and pectin substances in different wall regions of epicotyl cells in young flax plants, J. Histochem Cytochem, 40, 1183-1189.
[24] Lilholt, H., Toftegaard, H., Thomsen, A.B., Schmidt, A.S., « Natural composites based on cellulosic fibres and polypropylene matrix - Their processing and characterization », 12ème Conférence Internationale sur les Matériaux Composites, Paris, France, 5-9 juillet 1999.
[25] Khalil, H.P.S.A., Rozman, H.D., Ahmad, M.N., Ismail, H., (2000), Acetylated plant-fibre-reinforced polyester composites: a study of mechanical, hydrothermal and aging characteristics, Polym Plast Technol Eng., 39, 757-781.
[26] Fragassa, C., Santulli, C., Pavlović, A., &Šljivić, M. (2015), Improving performance and applicability of green composite materials by hybridization, Contemporary Materials, p. 35-43.
[27] Bourmaud, A, Baley, C, (2007), Investigations on the recycling of hemp and sisal fiber reinforced polypropylene composites. Polym Degrad Stab; 92, p.1034-45
[28] Senthilkumar, K, Subramaniam, S, Ungtrakul, T, Kumar, T S M, Chandrasekar, M, Rajini N, Siengchin S, Parameswaranpillai, J, (2022), Dual cantilever creep and recovery behavior of sisal/hemp fibre reinforced hybrid biocomposites: Effects of layering sequence, accelerated weathering and temperature, Journal of Industrial Textiles, p 2372S-2390S.
[29] Athith, D, Sanjay, M R, Yashas Gowda, T G, Madhu, P, Arpitha, G. R, Yogesha, B, Omri, M A, (2018), Effect of tungsten carbide on mechanical and tribological properties of jute/sisal/E-glass fabrics reinforced natural rubber/epoxy composites, Journal of Industrial Textiles, p 713-737.
[30] Kumar, T S M et al, (2020), Influence of Fillers on the Thermal and Mechanical Properties of Biocomposites: An Overview, Biofibers and Biopolymers for Biocomposites, Springer, p 111-133.
[31] Monaldo, E.; Nerilli, F.; Vairo, G. Basalt-based fiber-reinforced materials and structural applications in civil engineering. Compos. Structrs. 2019, 214, 246–263.
[32] Shahroze,R M, Chandrasekar,M, Senthilkumar, K, Senthilmuthukumar, T, Ishak, M R, and. Asyraf, M R M,(2019), A review on the various fibre treatment techniques used for the fibre surface modification of the sugar palm fibres, Proceedings of the Seminar Enau Kebangsaan, p 48-52.
[33] El Hadi, S, Scida, D, Pac,M J,Ayad, R(2019),Mode I interlaminar fracture toughness of flax, glass and hybrid flax-glass fiber woven composites :Failure mechanism evaluation using acoustic emission analysis, Polymer testing, p 246-253
[34] Swolfs, Y., Gorbatikh, L., Verpoest, I. (2014), Fiber hybridization in polymer composites: A review, Composite Part A: Applied Science and Manufacturing, p. 181-200.
[35] Bourmaud, A, Baley, C, (2009), Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fiber composites after recycling. PolymDegradStab; 94: p.297-305
[36] Baley, C, Bourmaud, A, (2014), Average tensile properties of French elementary flax fibers. Mater Lett; 122, p. 159-61
[37] K. Charlet, J.-P. Jernot, M. Gomina, C. Baley, L. Bizet, et J. Bréard, « Morphology and mechanical behavior of a natural composite: the flax fiber », 16th ICCM, Kyoto, Japon, 2007.
[38] Baley C, (2020), Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, matériaux plastiques et composites, technique de l'ingénieur, AM5130 V3
[39] Barbulée, A, Jernot, J P, Bréard, J, (2014), Damage to flax fibers livers under monotonic uniaxial tensile loading, Composite Part A Applied Science and Manufacturing,64, p 107-114.
[40] Baley, C., Morvan, C., Grohens, Y. «Influence of the Absorbed Water on the Tensile Strength of Flax Fibers». Macromolecular Symposia, Vol. 222, p195–202, 2005.
[41] Ren D, Yu Z, Li W, Wang H, Yu Y, (2014), The effect of ages on the tensile mechanical properties of elementary fibers extracted from two sympodial bamboo species. Ind Crops Prod, 62: p. 94-9
[42] Yu Y, Jiang Z, Fei B, Wang G, Wang H, (2011), An improved micro tensile technique for mechanical characterisation of short plant fibers: a case study on bamboo fibers. J Mater Sci; 46: p. 739-46
[43] Roe P.J, Ansell M.P, (1985), Jute-reinforced polyester composites. J Mater Sci; 20: p. 4015-20

[44] Lee B.-H, Kim H.-J, Yu W.-R, (2009), Fabrication of long and discontinuous natural fiber reinforced polypropylene biocomposites and their mechanical properties. Fibers Polym; 10: p. 83-90
[45] Li Y, MAI Y.-W, YE L, (2000), Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. Compos Sci Technol; 60: p. 2037-55
[46] Silva F. de A, CHAWLA N, FILHO R.D. de T, (2008), Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers. Compos Sci Technol; 68: p. 3438-43
[47] Toumis, R B, Renard, J, Monin, M, Nimdum.P, (2013), Fatigue damage modelling of continuous E-glass fiber/epoxy composite, Procedia Engineering Volume 66, p 723-736.
[48] Shubhalakshmi, B S, Jagannatha Reddy, H N, Arjun,K,(2016), International journal of engineering sciences & research technology, ISSN,p 2277-9655.
[49] Singha, K, (2012), A short review on basalt fiber, International journal of textile science, p.19-28.
[50] Abida, M, Gehring, F, Mars, J, Vivet, A,(2020), Hygro-mechanical coupling and multiscale swelling coefficients assessment of flax yarns and flax / epoxy composites, Composites Part A Applied Science and Manufacturing, p 136-143
[51] Fabre, V, Quandalle, G, Billon, N, Cantournet, S, (2017), Time-Temperature-Water Content equivalence on dynamic mechanical response of polyamide 6,6, Polymer, p 2-3.
[52] Dhand, V,Mittal, G,Rhee, K Y,Park, S J,Hui, D,(2015),A short review on basalt fiber reinforced polymer composites, Composites: Part B, p 166-180.
[53] Almansour, FA., Dhakal, HN.,Zhang, ZY, (2017), Effect of water absorption on Mode I interlaminar fracture toughness off flax/basalt reinforced vinylester hybrid composites. Compos Struct 2017, 168:813-25.
[54] Almansour, FA., Dhakal, HN.,Zhang, ZY, (2018), Investigation into mode II interlaminar fracture toughness characteristics of flax/basalt reinforce vinyester hybrid composites. Compos Sci Technol, 154:117-27.
[55] Fiore, V., Calabrese, L., Di Bella, G., Scalici, T., Galtieri, G., Vakenza, A., Proverbio, E., (2016), Effects of aging in salt spray conditions on flax/basalt reinforced composites: Wettability and dynamic mechanical properties. Composites B, 93:35-45.
[56] Fiore, V., Di Bella, G., Scalici, T., Vakenza, A., (2015), A review on basalt fibre and its composites Effects of aging in salt spray conditions on flax/basalt reinforced composites: Wettability and dynamic mechanical properties. Composites B, p 74-94.
[57] Militky, J, Kovacic, V, Rubnerova, J, (2002), Influence of thermal treatment on tensile failure of basalt, Eng Fract Mech, 69:1025-33.
[58] Militky, J, Kovacic, V, (1996), Ultimate mechanical properties of basalt filaments, Text Res, 66:225-9.
[59] Deak, T, Czigany, T, (2009), Chemical composition and mechanical properties of basalt and glass fibrese-a comparison, Text Res J,79:645-51.
[60] Novitskii, AG, (2004), High temperature heat insulating materials based on fibres from basalt type rock materials, Refract Ind Ceram, 45:144-6.
[61] Sim, J, Park, C, Moon, DY, (2004), Characteristics of basalt fibre as a strengthening material for concrete structures, Compos Part B, 36:504-12.
[62] McConnell, EE, Kamstrup, O, Musselman, R, Hesterberg, TW, Chevalier, J, Miller, WC, (1994), Chronic inhalation study of size-separated rock and slag wool insulation fibres in Fischer 344/N rats, Inhal Toxicol, 6:571-614
[63] Wei, B, Cao, H, Song, S, (2010), Tensile behavior contrast of basalt and glass fibres after chemical treatment, Mater Des, 31:4244-50.
[64] Hao, L, Yu, W, (2011), Comparison of thermal protective performance of aluminized fabrics of basalt fibre and glass fibre, Fire Mater, 35:553-60.
[65] Hao, LC, Yu, WD, (2010), Evaluation of thermal protective performance of basalt fibre nonwoven fabrics, J Therm Anal Calorim, 100:551-5
[66] Wang, GJ, Liu, YW, Guo, YJ, Zhang, ZH, Xu, MX, Yang, ZX, (2007), Surface modification and characterizations of basalt fibres with non-thermal plasma. Surf Coat Technol, 201:6565-8.
[67] Xie K, Liu H, Hu W, Sun H, Yang S, Yang T, (2013), Surface treatment of chopped basalt fibres and mechanical properties of wood-based composite. Adv Mater Res, 627:796-9
[68] Chairman, CA, Kumaresh Babu, SP, (2013), Mechanical and abrasive wear behavior of glass and basalt fabric-reinforced epoxy composites, J Appl Polym Sci, 130:120-30
[69] Sarasini, F, Tirillò, J, D'Altilia, S, Valente, T, Santulli, C, Touchard, F, Chocinski Arnault L, Mellier D, Lampani L, Gaudenzi P, (2016), Damage tolerance of carbon/flax hybrid composites subjected to low velocity impact, Composites B, 91:144–53.

[70] Al-Hajaj, Z, Sy, BL, Bougherara, H, Zdero, R, (2019), Impact properties of a new hybrid composite material made from woven carbon fibres plus flax fibres in an epoxy matrix, Compos Struct, 208:346–56.
[71] Dhakal, HN, Sain, M, (2020), Enhancement of mechanical properties of flax-epoxy composite with carbon fibre hybridisation for lightweight applications, Materials, 13:109.
[72] Barouni, AK, Dhakal, HN, (2019), Damage investigation and assessment due to low-velocity impact on flax/glass hybrid composite plates, Compos Struct,226:111224.
[73] Abd El-baky, M, Attia, M, Abdelhaleem, M, Hassan, M, (2020), Mechanical characterization of hybrid composites based on flax, basalt and glass fibers,Pap J Compos Mater, 54:4185–205.
[74] Papa, I, Ricciardi, MR, Antonucci, V, Pagliarulo, V, Lopresto,V, (2018), Impact behaviour of hybrid basalt/flax twill laminates, Composite Part B, p 17-25.
[75] Aktas, M, Atas, C, Içten, BM, Karakuzu, R, (2009), An experimental investigation of the impact response of composite laminates, Compos Struct, 87:307–13.
[76] Wang, J, Waas, AM, Wang, H, (2013), Experimental and numerical study on the low velocity impact behaviour of foam-core sandwich panels, Compos Struct, 96:298–311.
[77] Abrate, S, (1991), Impact on laminated composite materials, Appl Mech Rev, p 44:155.
[78] Abrate S, (1994), Impact on laminated composites: recent advances, Appl Mech Rev, p 47:517.
[79] Cantwell, WJ, Morton, J, (1991), The impact resistance of composite materials – a review, Composites, 22:347–62.
[80] Karakuzu, R, Erbil, E, Aktas, M, (2010), Impact characterization of glass/epoxy composite plates: an experimental and numerical study, Compos Part B, 41:388–95
[81] Kretsis, G, (1987), A review of the tensile, compressive, flexural and shear properties of hybrid fibre-reinforced plastics, Composites, 18:13–23
[82] Atiqah, A, Maleque, MA, Jawaid, M, Iqbal, M, (2014), Development of kenaf-glass reinforced unsaturated polyester hybrid composite for structural applications, Composites: Part B vol.56, p. 68–73.
[83] Nisini, E, Santulli, C, Liverani, A, (2017), Mechanical and impact characterization of hybrid composite laminates with carbon, basalt and flax fibers, Composites Part B vol.127, p. 92–9.
[84] Syafiqah Nur Azrie,S, Mohamed Thariq Hameed,S, Mohammad, J, Kandasamy,J, (2018), Impact behaviour of hybrid composites for structural applications: a Review, Composites Part B. vol.133, p. 112–21.
[85] Wei, B.; Cao, H.; Song, S. Environmental resistance and mechanical performance of basalt and glass fibres. Mat. Sci. Eng. A-Struct. 2010, 527, 4708–4715
[86] Dehkordi, MT, Nosraty, H, Shokrieh, MM, Minak, G, Ghelli, D, (2010), Low velocity impact properties of intra-ply hybrid composites based on basalt and nylon woven fabrics, Mater Des, 31:3835–44.
[87] Manikandan, V, Winowlin Jappes, JT, Suresh Kumar, SM, Amuthakkannan, P, (2012), Investigation of the effect of surface modifications on the mechanical properties of basalt fibre reinforced polymer composites, Compos B Eng, 43:812–8.
[88] Szabó, J, Czigány, T, (2003), Static fracture and failure behaviour of aligned discontinuous mineral fiber reinforced polypropylene composites, Polym Test, 22:711–9.
[89] Dehkordi, MT, Nosraty, H, Shokrieh, MM, Minak, G, Ghelli, D, (2013), Low velocity impact properties of intra-ply hybrid composites based on basalt and nylon woven fabrics, Mater Des, 31:3835–44.
[90] De Rosa, IM, Marra, F, Pulci, G, Santulli, C, Sarasini, F, Tirillò, J, et al, (2011), Post-impact mechanical characterisation of E-glass/basalt woven fabric interply hybrid laminates., Express. Polym Lett, 5:449–59.
[91] Lopresto, V, Leone, C, De Iorio, I, (2011), Mechanical characterisation of basalt fibre reinforced plastic, Compos B Eng, 42:717–23.
[92] Sarasini, F, Tirillò, J, Valente, M, Valente, T, Cioffi, S, Iannace, S, (2013), Effect of basalt fiber hybridization on the impact behaviour under low impact velocity of glass/ basalt woven fabric/epoxy resin composites, Compos Appl Sci Manuf, 47:109–23.
[93] Wu, W, Owino, W, (2014), Applying Periodic Boundary Conditions in Finite Element Analysis. Simulia Community Conference,p: 707–719.
[94] Liang, S, Gning, PB, Guillaumat, L, (2012), A comparative study of fatigue behaviour of flax/ epoxy and glass/epoxy composites, Compos Sci Technol, 72(5):535–43.
[95] Petrucci, R, Santulli, C, Puglia, D, Nisini, E, Sarasini, F, Tirillò, J, Torre, L, Minak, G, Kenny JM, (2015), Impact and post-impact damage characterizaion of hybrid composite laminates based on basalt fibres in combination with flax, hemp and glass fibres manufactured by vacuum infusion, Composites part B, 69:507-15.

[96] Zivkovic, I, Fragassa, C, Pavlovic, A, Burgo, T, (2017), Influence of moisture absorption on the impact properteis of flax, basalt and hybrid flax/basalt reinforced green composites, Composites Part B, 11:148-54.
[97] Fragassa, C, Pavlovic, A, Santulli, C, (2018), Mechanical and impact characterisation of flax and basalt fibre vinyl ester composites and their hybrids, Composites Part B, 137:247–59.
[98] Yan, L, Chouw, N, Jayaraman, K, (2014), Flax fibre and its composites e a review, Compos Part B, 56:296–317.
[99] Coussa et al., (2017), influence of rate effects on the mechanical behaviour of thermoplastic matrix woven composites', in JNC 20–Ecole des Ponts Paris Tech.
[100] Binetruy, C, Skawinski, O, Krawczak, P, Grando, J, Bonneau, E, (2004), All-Thermoplastic Composite Sandwich Panels – Part I: Manufacturing and Improvement of Surface Quality, Journal of Sandwich Structures & Materials, Volume 6, number 5
[101] Pivdiablyk, I, « Durability of mechanical performance of prestressed bolted composite joints in a hygro-thermo-mechanical environment», Thèse de doctorat, Ecole Centrale Nantes (2019).
[102] Rozycki, P, Mbacke, M, Dau, A, (2018), Multiscale Homogenization of a glass-PA66 Fabric Composite Behaviour for crash studies, ECCM18-18th European Conference on Composite Materials, p 24-28
[103] Altair Multiscale Designer User Manual, 2021.
[104] Yuan, Z., & Fish, J., (2008). Toward realization of computational homogenization in practice. International Journal for Numerical Methods in Engineering, 73(3), p 361-380.
[105] Dau, A T, « Elaboration d'un outil numérique reliant les échelles micro/méso d'un composite thermoplastique sensible à l'humidité et à la température en quasi-statique », Thèse de doctorat, Ecole Centrale Nantes (2019).
[106] Charalambakis, N, Chatzigeorgiou, G, Chemisky, Y, Meraghni, F, (2017), Mathematical homogenization of inelastic dissipative materials: a survey and recent progress, Continuum Mechanics and Thermodynamics.
[107] Eshelby, J, (1975), The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems, Proceedings of the Royal Society of ….
[108] Mori, T and Tanaka, K, (1973), Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions, Acta Metallurgica, vol. 21, p: 571-574.
[109] Tvergaard, V, (1990), Analysis of tensile properties for a whisker-reinforced metal-matrix composite, Acta metallurgica et materialia, vol. 38, no. 2, p:185-194.
[110] Van der Sluis, O, Schreurs P.J.G., Meijer, H.E.H, (1990), Effective properties of a viscoplastic constitutive model obtained by homogenization, Mechanics of Materials, vol. 31, p:743-759.
[111] Achour, N, Chatzigeorgiou, G, Bonnay, K, Meraghni, F, Multiscale modeling in viscoplasticity coupled to damage of discontinuous fibers reinforced thermoplastic composites, in JNC 20 – Ecole des Ponts ParisTech – 28-30 juin 2017 Modélisation, 2017.
[112] Praud, F, Chatzigeorgiou, G, Chemisky, Y, Meraghni, F, Micromechanical modelling of viscoelastic-viscoplastic-damage behavior for polyamide woven fabric composites under cyclic loading, Proceedings of ECCM17, no. June, pp. 26-30, 2016.
[113] Doghri, I, Adam, L, Bilger, N, (2010), Mean-field homogenization of elasto-viscoplastic composites based on a general incrementally affine linearization method, International Journal of Plasticity, vol. 26, no. 2, p: 219-238.
[114] Doghri, I, Brassart, L, Adam, L, Gérard, J.S, (2011), A second-moment incremental formulation for the mean-field homogenization of elasto-plastic composites, International Journal of Plasticity, vol. 27, no. 3, p: 352-371.
[115] Wu, L, Sket, F, Adam, L, Doghri, I, Noels, L, Prediction of intra- and inter-laminar failure of laminates using non-local damage-enhanced mean-field homogenization, in ECCOMAS Congress, 5 - 10 JUNE 2016 Crete Island, Greece, 2016, vol. 1017232, no. 1410246, p: 5-10
[116] Feyel, F, Chaboche J.L., (2000), FE2 multiscale approach for modelling the elasto viscoplastic behaviour of long fibre SiC/Ti composite materials, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 183, no. 3-4, pp. 309-330.
[117] Spahn, J, Andrä, H, Kabel, M, Müller,R, (2014), A multiscale approach for modeling progressive damage of composite materials using fast Fourier transforms, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 268, p : 871-883.
[118] Praud, F, Chatzigeorgiou, G, Chemisky, Y, Meraghni, F, Modélisation multi-échelle des composites tissés à matrice thermoplastique sous chargements cycliques non proportionnels, in Journées Nationales sur les Composites JNC20, 2017.
[119] Pulungan,D, Lubineau, G, Yudhanto, A, Yaldiz, R, Schijve, W, (2017), Identifying design parameters controlling damage behaviors of continuous fiber-reinforced thermoplastic composites

using micromechanics as a virtual testing tool, International Journal of Solids and Structures, vol. 117, p: 177-190.
[120] Garoz, D, Gilabert, F.A, Sevenois, R.D.B, Spronk, S.W.F, Van Paepegem, W, (2017), Material parameter identification of the elementary ply damage mesomodel using virtual micromechanical tests of a carbon fiber epoxy system', Composite Structures, vol. 181, p: 391-404.
[121] Wang, L et al., (2017), Progressive failure analysis of 2D woven composites at the meso-micro scale', Composite Structures, vol. 178, p: 395-405.
[122] Allaire, G. (2001). Shape Optimization by the Homogenization Method, Springer.
[123] Attouch, H. (1984). Variational Convergence for Functions and Operators, Pitman.
[124] Bensoussan, A., J. L. Lions and G. Papanicolaou (1978). Asymptotic Analysis for Periodic Structures, Studies in mathematics and its applications, North-Holland, Amsterdam.
[125] Braides A. and A. Defranceschi (1999). Homogenization of Multiple Integrals, Oxford Lecture Series in Mathematics and Its Applications.
[126] Cherkaev, A. (2000). Variational Methods for Structural Optimization, Springer Verlag, New York.
[127] Cherkaev, A. and R. Kohn (eds.) (1997). Topics in the Mathematical Modeling of Composite Materials, Birkh¨auser Verlag.
[128] Cioranescu, D. and P. Donato (2000). An Introduction to Homogenization, Oxford Lecture Series in Mathematics and Its Applications, Vol. 17.
[129] Cioranescu, D. and J. Saint Jean Paulin (1999). Homogenization of Reticulated Structures, Springer-Verlag, New York.
[130] Dal Maso, G. (1993). Introduction to Convergence, Birkh¨auser.
[131] Dormieux, L., D. Kondo and F. J. Ulm (2006). Micro poro mechanics, Wiley.
[132] Ene, H. and G. Pasa (1986). Homogenization Method. Applications to the Composite Materials Theory, Academy Publishing House, Bucharest.
[133] Ene, H. and D. Polisevski (1987). Thermal Flow in Porous Media, Kluwer.
[134] Gilbert, R. P. and K. Hackl (eds.) (1995). Asymptotic Theories for Plates and Shells, CRC Press.
[135] Hornung, U. (ed.) (1996). Homogenization and Porous Media, Springer.
[136] Lewinsky, T. and J. J. Telega (2000). Plates, Laminates and Shells. Asymptotic Analysis and Homogenization, World Scientific, River Edge, New York.
[137] Marchenko, V. A. and Y. A. Khruslov (2005). Homogenization of Partial Differential Equations, Birkh¨auser, Boston.
[138] Milton, G. W. (2002). The Theory of Composites, Cambridge University Press, Cambridge
[139] Barbero, E. J, (2013), Finite Element Analysis of Composite Materials using Abaqus TM, ISBN 1466516615
[140] Benveniste, Y, (1987), A new approach to the application of mori-tanaka's theory in composite materials, Mechanics of materials, 6(2): p: 147-157.
[141] Benziane, D M, (2007) Nouvelle approche pour la modélisation des problèmes mutli echelles en mécanique.
[142] Bohm, H J, (2011), A Short Introduction To Basic Aspects Of Continuum Micromechanics, volume 206.
[143] Camacho, C W,Tucker, CL, Yalva¸S, McGee, R L, (1990),Stiffness and thermal expansion predictions for hybrid short fiber composites. Polymer Composites, 11(4), p: 229-239.
[144] CRAIG L. Hom, (1992), Three-Dimensional Finite Element Analysis Plastic Deformation in a Whisker Reinforced Metal Matrix Composite. 40(5), p: 991-1008.
[145] Hartley, P, (2006), Introduction to Computational Plasticity, Journal of Physics A: Mathematical and General, vol. 39, no. 14, p: 3850–3851.
[146] Lejeunes, S, Bourgeois, S, (2011), Un Toolbox Abaqus pour le Calcul de Propriétés Effectives de Milieux Hétérogènes, p :1-8.
[147] Levy,A, Papazian, J M, (1990), Tensile Properties of Short Fiber-Reinforced SiC / Al Composites : Part II . Finite-Element Analysis.
[148] Mahmoud, D, (2016), Homogénéisation D'un Réseau Cellulaire Tridimensionnel Dans Le Cadre Du Procédé De Fabrication Additive FDM De Matériaux Polymères.
[149] Pierard,O, Friebel, C, Doghri, I, (2004), Mean-field homogenization of multi-phase thermo-elastic composites: A general framework and its validation, Composites Science and Technology, 64 (10-11),p:1587-1603.
[150] Pierard, O et al, (2006), Micromechanics of inclusion-reinforced composites in elasto-plasticity and elasto-viscoplasticity: modeling and computation. Universite Catholique de Louvain.

[151] Cousins W.J., “Young’s modulus of hemicellulose as related to moisture content”, Wood Science and Technology, 1978, 12, 161-167
[152] Roudier, A, « Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin », Thèse de doctorat, Université BLAISE PASCAL - Clermont II (2012).
[153] Parlevliet PP, Bersee HEN, Beukers A, « Residual stresses in thermoplastic composites – a study of the literature. Part I : Formation of residual stresses ». Comp. Part A Appl. Sci. Manuf., Vol. 37, pp. 1847-1857, 2006
[154] Jacquemin, F, « Modélisation et simulation des contraintes internes dans les structures tubulaires composites épaisses », Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Mines, Saint Etienne (2000).
[155] Adda Bedia, E, « Méthodes de résolution pour la diffusion de l’humidité sous les conditions d’environnement cycliques », thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne (1994).

Titre : Elaboration de bio-composite hybride à matrice thermoplastique : formulation optimale et modélisation du comportement statique en vue d'une application pour pièces de structure dans l'automobile

Mots clés : matériaux bio composites, composite hybride, homogénéisation, thermocompression

Résumé : L'impact environnemental devient un sujet de plus en plus important dans l'industrie automobile, ce qui pousse les constructeurs à réduire les émissions de CO2 à travers des motorisations propres et à travers l'allègement des structures. Les matériaux composites, associant légèreté et résistance mécanique, présentent une bonne alternative aux aciers standards avec une réduction de masse considérable. L'objectif principal de notre étude est l'application des matériaux bio-composites dans la structure automobile.
Pour répondre aux différentes exigences mécaniques, thermiques et économiques, le premier objectif de ce travail est de développer un matériau composite hybride à base de deux fibres naturelles ayant des caractéristiques complémentaires permettant d'optimiser les performances du composite, tout en garantissant une homogénéité de son comportement mécanique. Le second objectif concerne l'élaboration d'un outil numérique qui permettrait un pré-dimensionnement rapide de structures qui prend en compte les particularités de ce type de matériau composite hybride. En effet, les exigences et les demandes au sein de l'industrie automobile évoluent rapidement et d'une manière continue, il est nécessaire de pouvoir produire une réponse rapide et à moindre frais (les campagnes expérimentales sont souvent longues et coûteuses pour des matériaux sensibles et encore plus quand ces derniers sont influencés par les conditions environnementales).

Title: Elaboration of hybrid bio-composites with thermoplastic matrix: optimal formulation and modeling of the static behavior for an automotive structural application parts

Keywords: Biocomposite materials, hybrid composite, homogenisation, thermocompression

Abstract: The environmental impact is becoming increasingly important in the automotive industry, pushing OEMs to reduce CO2 emissions through clean engines and structural weight reduction. Composite materials, combining lightness and mechanical strength, offer a good alternative to standard steels with a considerable weight reduction. This study mainly aims to apply bio-composite materials in the automotive structure.
To meet the various mechanical, thermal and economic requirements, the first objective of this study is to develop a hybrid composite material based on two natural fibers with complementary characteristics to optimize its performance while guaranteeing the homogeneity of its mechanical behavior. The second objective is the development of a numeric tool that would allow rapid pre-design of structural parts reinforced with this hybrid composite material. Indeed, the obligations of the automotive industry are quickly and continuously changing; it is necessary to provide quick and cost-effective responses (compared to the long and expensive experimental campaigns especially when there is sensitivity to the environmental conditions to consider)